



[B] (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLÄGGNINGSSKRIFT 71720

C (45) Patentti myönnetty
Patent maddelat 09 02 1937

(51) Kv.lk.4/Int.Cl.4 C 05 B 7/00

SUOMI—FINLAND
(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

(21) Patenttihakemus — Patentansökning	811360
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag	30.04.81
(23) Alkupäivä — Giltighetsdag	30.04.81
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig	06.11.81
(44) Nähtäväksipanon ja kuul.julkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	31.10.86
(86) Kv. hakemus — Int. ansökan	
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet	05.05.80
Ranska-Frankrike(FR) 8009952	
Toteennäytetty-Styrkt	

- (71) Générale des Engrais S.A., 47, rue de Villiers, Neuilly-sur-Seine, Ranska-Frankrike(FR)
- (72) Philippe Moraillon, Saint-Germain-en-Laye, Ranska-Frankrike(FR)
- (74) Berggren Oy Ab
- (54) Kaksivaiheinen jatkuva menetelmä kiinteiden hiukkasten muodossa olevien tuotteiden, erikoisesti ammoniumfostaatteja sisältävien NP/NPK-lannoite-rakeiden valmistamiseksi ja laite menetelmän toteuttamiseksi - Kontinuerligt förfarande i två steg för framställning av produkter i form av fasta partiklar, speciellt NP/NPK-gödselgranulat som innehåller ammoniumfosfater och anordning för utförande av förfarandet

(57) Tiivistelmä

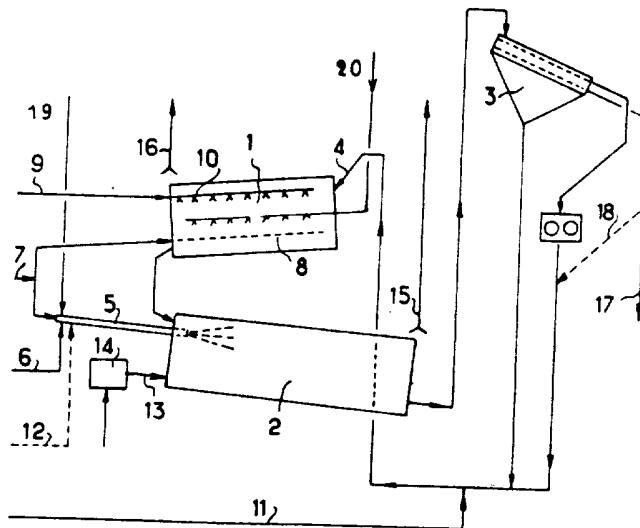
Keksintö tarkoittaa kaksivaiheista jatkuvaa menetelmää ammoniumfosfaattia sisältävien NP/NPK-lannoitteiden valmistamiseksi. Ensimmäisessä vaiheessa johdetaan sekoitus-vyöhykkeeseen (1) uusia, kiinteitä hiukkasia, kiertoon palautettua kuivaa tuotetta, nestemäisiä aineita ja mahdollisesti ammoniakkipitoista nestettä. Täten saatu kiinteä, kostea, sekoitettu tuote siirretään toiseen vyöhykkeeseen (2), jonka läpi virtaa kaasuvirta, tai suoritetaan toinen vaihe lisäämällä samanaikaisesti reaktiovyöhykkeeseen (5) happopitoista nestettä ja ammoniakkipitoista nestettä, jolloin saadaan reaktioseos, joka koostuu keittosuspensiosta ja vesihöyrystä. Menetelmässä neutraloidaan osittain happopitoinen neste ammoniakkipitoisella nesteellä putkimaisessa reaktorissa (5), joka avautuu sekoitusvyöhykkeeseen 2 siten, että suihkutetaan reaktiossa syntynyt keittoseos ja vesihöyry vyöhykkeessä (1) syntyneen tuotteen päälle ja kuivataan samanaikaisesti saatu tuote ja otetaan kuiva tuote talteen vyöhykkeen (2) ulosmenoaukolta.

Kuvataan myös laite menetelmän soveltamiseksi.

(57) Sammandrag

Uppfinningen avser ett kontinuerligt tvåstegsförfarande för framställning av ammoniumfosfathaltiga NP/NPK-gödningsämnen. I ett första steg inledes i en blandningszon (1) färska, fasta partiklar, i kretsloppet återförd torr produkt, vätskeformiga material och eventuellt en ammoniakhaltig vätska. Den så erhållna fasta, fuktiga blandade produkten överföres till en andra zon (2), genom vilken strömmar en gasström, eller det andra steget utföres genom att samtidigt tillsätta i en reaktionszon (5) en syrahaltig vätska och en ammoniakhaltig vätska, varvid erhålles en reaktionsblandning bestående av en koksuspension och vattenånga. Vid förfarandet neutraliseras partiellt den syrehaltiga vätskan med en ammoniakhaltig vätska i en tubformig reaktor (5), som utmynnar i blandningszonen (2), på sådant sätt, att den vid reaktionen uppkomna kokblandningen och vattenångan sprutas på den i zonen (1) bildade produkten och samtidigt torkas den erhållna produkten och den torra produkten tillvaratages vid utloppet från zonen (2).

En anordning för utförande av förfarandet beskrives även.



Kaksivaiheinen jatkuva menetelmä kiinteiden hiukkasten muodossa olevien tuotteiden, erikoisesti ammoniumfosfaatteja sisältävien NP/NPK-lannoiterakeiden valmistamiseksi ja laite menetelmän toteuttamiseksi

Kyseessä oleva keksintö koskee kaksivaiheista jatkuvaa menetelmää kiinteiden hiukkasten muodossa olevien tuotteiden, erikoisesti ammoniumfosfaatteja sisältävien NP/NPK-lannoiterakeiden valmistamiseksi, sekä laitetta menetelmän toteuttamiseksi.

Jo kauan aikaa sitten on selostettu useita menetelmiä, joiden avulla on mahdollista valmistaa lannoitegranuloita nestemäisistä raaka-aineista. Eräässä ilmeisen yksinkertaisessa menetelmässä suoritetaan granuloiminen ja kuivaaminen yhdessä ainoassa yhteisoperaatiossa, kuten esimerkiksi ranskalaisissa patenteissa 1 100 817 ja 1 351 668. Mutta tämän tyyppisessä menettelytavassa on joitakin varjopuolia kuten esimerkiksi: suspensio sisältää hyvin suuren määrän vettä, tuotantokapasiteetti on rajoitettu, on mahdotonta valmistaa joitakin määrättyjä ainekaavoja, on mahdotonta ruiskuttaa ammoniakin täydennystä kosteaan kiinteään faasiin.

Tämän vuoksi on siirrytty sellaisiin granuloimismenetelmiin, joissa on kaksi erillistä työvaihetta sekoituslaitteessa (tai granulointilaitteessa) ja kuivauslaitteessa, jotka on asennettu sarjaan samassa granulointikierrossa.

Mutta jos klassisella tavalla asennettuun granuloimislaitteeseen lisätään suuria määriä nestemäisessä muodossa olevia raaka-aineita (sulaa massaa, lannoitusaineen vesiliuosta tai -suspensiota), on ikävä kyllä välttämätöntä palauttaa takaisin sykliin tässä granuloimislaitteessa huomattavan suuri määrä kuivattua ainetta, jotta vähennettäisiin sen kosteutta ja saataisiin granulointilait-

teessa olevan aineen lämpötila sopivaksi tehokkaalle granuloinnille. Tavallisesti tarvitaan 5-12 kertaa sykliin palauttaminen valmistusta kohti.

Ranskalaisessa patentissa 1 389 361 on ehdotettu tämän varjopuolen ehkäisemiseksi, että kuivauslaitteeseen sumutettaisiin osa nestemäisistä lannoitusaineista, erikoisesti mono- ja diammoniumfosfaattien suspensio. Kuivatun aineen sykliinpalauttamisen tarve vähenee tällä tavoin alle viiteen kertaan valmistuksessa.

Mutta tämä periaatteeltaan erinomainen menetelmä vaatii laitteen, jolla fosforihappo neutraloidaan ammoniakilla ja jossa on esimerkiksi yksi tai kaksi sekoitusallasta. Reaktion kuumuudessa syntynyt vesihöyry on erotettava suspensiosta ja poistettava sopivin keinoin. Samaten tarvitaan pumppu suspension kuljettamiseksi paineella kuivauslaitetta kohti, suspension virtausnopeuden mittari, sumutuslaite, jolla suspensio saadaan kuivauslaitteeseen.

Suspension on oltava riittävän juokseva, jotta sitä voitaisiin pumpputa ja sumuttaa, mikä vaatii vesipitoisuuden arvoksi 12-20 % atomisuhteesta N : P riippuen mono- ja diammoniumfosfaatin seoksessa.

Kun tämä atomisuhde on 1,6, kuten on ilmoitettu ranskalaisessa patentissa 1 389 361, tiedetään, että ammoniakkihäviöt neutraloinnin ja kuivauksen aikana ovat korkeat, noin 10-20 % lisätystä ammoniakista. Tämä häviö voidaan ottaa talteen sopivalla kaasupesusysteemillä, esimerkiksi fosforihapon avulla, mutta jotta kiertoneste tässä pesusysteemissä pysyisi riittävän juoksevana, on siihen johdettava suuri määrä vettä suhteessa talteenotettavaan ammoniakkiin. Tämä lisää kuivauslaitteen dimensioita ja kalorikulutusta.

Lannoitteiden valmistuksessa on myös tunnettua käyttää putkimaista reaktoria rikki- tai fosforihapon saattamiseksi kontaktiin ammoniakin kanssa ja erottamaan syklo-nissa valmistetusta suspensiosta muodostunut vesihöyry, kuten on selostettu US-patentissa 2 755 176, tai US-patentissa 3 310 371. Syklonierotuslaitteessa on valittavasti usein tukkeumia, mitkä tekevät työskentelyn vaikeaksi.

On ehdotettu myös ammoniumfosfaattiin ja -sulfaattiin perustuvan lannoitteen valmistamista käyttämällä putkimaista reaktoria happojen neutraloimiseen, joka avautuu suoraan granuloimislaitteeseen ilman vesihöyryn etukäteen tapahtuvaa erottamista, kuten on selostettu US-patentissa 3 954 942. Tämä menetelmä soveltuu luultavasti silloin kun kyseessä ovat suhteellisen vähän liukenevat suolat kuten ammoniumfosfaatti ja -sulfaatti; usein on pakko liian suuren sykliinpalautusasteen välttämiseksi lisätä osa ammoniumsulfaatista kiinteässä muodossa tai osa P_2O_5 :stä kiinteään superfosfaatin muodossa, kuten käy ilmi mainitun patentin esimerkeistä. Siinä tapauksessa että lannoitteeseen lisätään aineita, jotka liukenevat hyvin kuumassa kuten ammoniumnitraattia tai ureaa, jotka lisätään granulointilaitteeseen liuoksen muodossa, nostaa aineen alustalle suoraan ohjattu vesihöyry, joka on syntynyt happojen neutraloimiskuumuudessa, huomattavasti lämpötilaa ja kosteutta granuloimislaitteen sisällä olevassa aineessa, ja tekee pakolliseksi ylläpitää runsasta sykliin palauttamista, tavallisesti 6-10 kertaa valmistuksen aikana valmistetusta ainekaavasta ja käytettyjen raaka-aineiden vesipitoisuudesta riippuen.

Kyseessä olevan keksinnön avulla voidaan poistaa nämä varjopuolet. Sen kohteena on yksinkertaistaa huomattavasti laitetta jättämällä pois altaat, joissa fosforihappo neutraloidaan ammoniakin avulla, muodostuneen vesihöyryn

erottaminen ja poistaminen, suspensiopumppu, suspension virrannopeuden mittari ja suspension sumutin kuivauslaitteen tuloaukolla.

Keksinnön tarkoituksena on aikaansaada menetelmä rakeiden muodossa olevien NP- tai NPK-lannoitteiden valmistamiseksi, jotka sisältävät ammoniumnitraattia tai ureaa, lähtemällä tyypeä ja fosfaatteja sisältävistä raaka-aineista, jotka ovat kokonaan nestemäisessä muodossa, jossa menetelmässä kuivatun tuotteen kiertoon palauttamisaste on paljon pienempi kuin perinteisissä menetelmissä, ainoastaan kaksi - viisi kertaa tuotantoon nähden.

Keksinnön lisätarkoituksena on mahdollistaa hyvin konsentroidun suspension, jopa sulatemassan, joka sisältää ainoastaan 1-8 % vettä, sumuttaminen kuivauslaitteeseen ja pienentää tällä tavoin kuivauslaitteen dimensioita ja vähentää energian kulutusta tai jopa täysin eliminoida energian tarve.

Keksinnön tarkoituksena on vielä vähentää kaasujen pesusysteemistä talteen otettavan ammoniakkin häviö.

Keksinnön tarkoituksena on vielä mahdollistaa rakeiden muodossa olevan diammoniumfosfaatin valmistaminen siten, että kiertoon palauttamista tarvitaan vähemmän kuin jo olemassa olevissa menetelmissä.

Tämä keksintö koskee näin ollen kaksivaiheista jatkuvaa menetelmää kiinteiden hiukkasten muodossa olevien tuotteiden, erikoisesti ammoniumfosfaatteja sisältävien NP/NPK-lannoiterakeiden valmistamiseksi, jossa menetelmässä ensimmäinen vaihe suoritetaan johtamalla ensimmäiseen vyöhykkeeseen kiinteitä raaka-aineita, kuten kaliumsuolaa ja/tai superfosfaattia, kiertoon palautettua kuivaa tuotetta, nestemäisiä aineita, kuten ammoniumfosfaattisuspensiota ja/tai ammoniumnitraattiliuosta ja/tai urealiuosta ja mahdollisesti ammoniakaalista juoksevaa ainetta, siirretään täten saatu

kiinteä, kostea, hienonnettu tuote toiseen vyöhykkeeseen, joka on kuivausvyöhyke ja jossa toinen vaihe suoritetaan, jonka vyöhykkeen läpi virtaa kaasuvirta, joka mahdollisesti on kuumennettu ja lisätään vyöhykkeeseen happaman nesteen ja ammoniakaalisen juoksevan aineen välisestä reaktiosta saadun suspension suihku, joka hapan neste on fosforihappo mahdollisesti seoksena rikkihapon ja/tai typpihapon kanssa tai hapan liuos, joka on saatu liuottamalla luonnonfosfaattia typpihapolla mahdollisesti seoksena rikkihapon ja/tai fosforihapon kanssa, ja keksinnön mukaiselle menetelmälle on tunnusomaista, että mainitun happaman nesteen ja ammoniakaalisen juoksevan aineen välinen reaktio suoritetaan ainakin yhden putkimaisen reaktorin avulla, joka avautuu vyöhykkeeseen siten, että suihkutetaan reaktiossa syntyneen suspension ja vesihöyryn seos vyöhykkeestä tulevan kiinteän, kostean, hienonnetun tuotteen päälle, ja kuivataan samanaikaisesti tuloksena oleva tuote ja otetaan talteen saatu kuiva tuote vyöhykkeen ulosmenoaukolta.

Keksinnön mukaisessa menetelmässä johdetaan vesihöyry samanaikaisesti kuin suspensio kuivausalueelle, kun taas aikaisemman tekniikan mukaisissa erilaisissa toteutusmuodoissa vesihöyry, joka vapautuu hapon ja ammoniakin välisessä reaktiossa, erotetaan aina suspensiosta ennenkuin tämä sekoitettuna kiinteiden aineiden kanssa tulee kuivausalueelle, ja tämä erottaminen tapahtuu neutraloimisaltaassa putkimaisesta reaktorista poistuttua tai itse granuloimislaitteessa.

Päinvastoin kuin mitä saatettiin olettaa aikaisemman tekniikan antamasta opetuksesta, ei reaktiossa syntynyt vesi, joka johdetaan kuivausalueelle samanaikaisesti kuin suspensio, vastoin odotuksia häiritse lainkaan kuivauksen tehokkuutta.

Sekoitusalue toteutetaan millä tunnetulla tavalla tahansa kuten esimerkiksi käyttäen sekoitinta, viistoa pyörivää levyä, pyörivää rumpua, tai mitä tahansa muuta sekoituslaitetta. Siihen johdetaan jatkuvana sykliin palautettua kiinteää ainetta, kiinteitä raaka-aineita esimerkiksi kaliumsuolaa, superfosfaattia, ja nestemäisiä aineita kuten ammoniumfosfaattisuspensiota, konsentroitua ammoniumnitraattiliuosta tai ureaa. Tekniikassa käytetty-

jen tavallisten menetelmien mukaan tapahtuu pääosa granuloinnista tässä sekoitinlaitteessa ja sitä kutsutaan tämän vuoksi "granulointilaitteeksi". Käytännössä on tavallista ruiskuttaa ammoniakki liikkeessä olevan kostean massan sisään superfosfaatin happamuuden neutraloimiseksi tai ammoniumfosfaatin atomisuhteen N/P suurentamiseksi. Granuloimislaitetta, joka on varustettu ammoniakin ruiskuttamislaitteella aineen alustan alapuolella, kutsutaan yleisesti "ammoniakin lisäys-granulointilaitteeksi".

Seuraavassa selostuksessa tullaan kutsumaan "granulointilaitteeksi" laitetta, joka muodostaa sekoitusalueen riippumatta siitä, mikä on granuloimisaste ja/tai ammoniakin lisäämisaste, joka saavutetaan valituissa työskentelyolosuhteissa.

Kuivausalue toteutetaan etupäässä käyttäen pyörivää kuivauslaitetta, joka on varustettu sisältä potkurinsiivillä sekoituslaitteesta peräisin olevan kostean kiinteän aineen nostamiseksi ja sen jakamiseksi sateen muodossa ja sopivassa volyymissä.

Laitteen läpi virtaa kuumien kaasujen virta, joka kiertää mieluummin samaan suuntaan kuin aine.

Rajattu ja pitkänomainen reaktioalue muodostuu laitteesta, jota kutsutaan yleisesti nimellä "putkimainen reaktori", mitä nimitystä tullaan aina käyttämään seuraavassa selostuksessa. Se voi olla yksinkertainen ontto sylinteri, joka on varustettu toisessa päässä olevilla reagoivien aineiden imuputkilla. Tämä sylinteri tai putki voi olla varustettu elementeillä, jotka voivat häiritä juoksevien aineiden virtaamista, kuten potkureilla, estelevyillä, mutkilla, kiemuroilla, kavennuksilla, laajentumilla, Venturi-elementeillä. Laitteen dimensiot ja rakenne määrätään edullisimmin siten, että ammoniakin si-

tomistulos on yli 99 % kun neutraloidaan fosforihappoa monoammoniumfosfaatti-asteelle saakka.

Putkimaisen reaktorin poistosuutin asetetaan edullisesti kuivausrummun sisääntuloaukolle tai lähelle sitä ja suhteellisen lähelle sen akselia. Tässä tapauksessa suunnataan laite siten, että reaktioaineiden suihku kohtaa mahdollisimman kaukaa kuivauslaitteen seinämän. Tämän suihkun lähtökulma kuivausrummun akselin kanssa on sitä pienempi mitä lähempänä poistosuutin on tätä akselia.

Poistumatta keksinnön piiristä voidaan asentaa useita putkimaisia reaktoreja toinen toistensa viereen edellä selostettuun asentoon. Samoin voidaan putkimainen reaktori varustaa useilla poistosuuttimilla. Vaikka pidetään parhaana asentaa putkimainen reaktori tavallisesti kuivauslaitteen sisääntuloaukolle, on myös mahdollista työskennellä toiseen päähän kuivauslaitteen ulosmenoaukon lähelle asennetun putkimaisen reaktorin avulla ja ruiskuttaa reaktioaineet ylävirran suuntaan kuivauslaitteeseen.

Ammoniakaalinen juokseva aine, joka lisätään putkimaiseen reaktoriin, on tavallisesti vedetöntä ammoniakkia, joko nestemäistä tai kaasumaista.

Se voi myös olla ammoniakin vesiliuosta, joka mahdollisesti sisältää ammoniumnitraattia tai ureaa.

Hapan neste, joka lisätään putkimaiseen reaktoriin, on tavallisesti märkämenetelmällä valmistettua fosforihappoa ja sen konsentraatio on suunnilleen välillä 30-54 % P_2O_5 :ä tai happ.liuosta, joka sisältää fosforihappoa. Voidaan lisätä samanaikaisesti myös rikkihappoa ja typpihappoa.

Näiden happojen ja ammoniakkin välistä reaktiota seuraa voimakas lämmönkehitys, mikä saa nesteen kiehumaan.

Tällä tavoin syntyy putkimaisen reaktorin ulosmenoaukolla voimakas suihku vesihöyryä ja ammoniumsuolasuspensiota, joka tunkeutuu kuivauslaitteen sisään. Suspensio suihkutetaan sumuna potkurin siiviltä putoavien kiinteiden hiukkasten sadetta vasten ja kuivauslaitteen pohjalla pyörivää liuosta vasten. Suurin osa suspensiosta kiinnittyy tällä tavoin granulointilaitteesta peräisn olevien hiukkasten pinnalle muodostaen hyvin tasaisia jyväsiä, joiden keskimääräinen karkeus on hieman suurempi kuin granulointilaitteesta poistuessaan. On kuitenkin huomattu, että käytettäessä riittävän konsentraation omaavaa fosforihappoa, esimerkiksi suunnilleen 49 % P_2O_5 :ä, osa kuivauslaitteeseen suihkutetuista pisaroista välttää osumasta kiinteään aineeseen ollessaan vielä nestemäisessä muodossa. Nämä pisarat kiinteytyvät lentäessään ja synnyttävät pieniä, tavallisesti 0,1-0,5 mm läpimittaisia pallosia. Niitä löytyy kaikkialta kuivatussa granulointilaitteeseen palautetussa aineessa, joko ne ovat tempautuneet ilmavirran mukana ja kerääntyneet sykloonien pohjaan, tai ne ovat irronneet lopullisesta tuotteesta seulottaessa.

Tällä tavoin pieninä pallosina, kiinnittymättä granulointilaitteesta tuleviin hiukkasiin kiinteytyvän suspension määrä vaihtelee kuivauslaitteen siipityypin, suihkun suuntauksen jne. mukaan. Se on tavallisesti 20-40 % suspension virtaamasta, mikä poistuu putkimaisesta reaktorista. Tätä yllättävää tulosta, kuten seuraavassa selostetaan, käytetään hyväksi edullisesti saamaan lopullisessa tuotteessa atomisuhde N/P korkeaksi.

Edellä selostetussa menetelmässä tulee reaktiossa vapautunut vesihöyry samanaikaisesti suspension kanssa kui-

vauslaitteeseen. Sen mukanaolo ei vahingoita lainkaan kuivauksen tehokkuutta.

Päinvastoin on osoittautunut, että tämä vesihöyry, joka lähtee ylikuumentuneena 120-160°C:sen putkimaisesta reaktorista, luovuttaa kaloreita kuivauslaitteesta poistettavaan kuivausilmaan 85-105°C:een asti ja osallistuu puolestaan kuivauksessa tarvittavan lämmön tuomiseen, mikä vähentää kalorikulutusta.

Eräs putkimaisen reaktorin etu on se, että sen avulla voidaan saada suspensioita, joiden vesipitoisuus on pieni päästön jälkeen, esimerkiksi alle 8 % ja jopa niin alhainen kuin 2 %, joten on mahdollista käyttää sopuvan konsentraation omaavia happeja. Jos granuloimislaitteeseen lisätään samanaikaisesti hyvin konsentroitua liuosta tai sulatettua ainetta, esimerkiksi yli 94-prosenttista ammoniumnitraattiliuosta tai ureaa, niin reaktioista ja kiteytymisistä vapautuneet lämmöt, kun otetaan huomioon kuivauslaitteeseen tulevien aineiden korkea lämpötila, voivat riittää veden haihduttamiseen ilman että olisi tarpeen kuumentaa kuivauslaitteeseen johdettavaa ilmaa. Tämä vaikuttaa silloin samanaikaisesti kuivauslaitteessa ja esijäähdytyslaitteessa. Vähentämällä sykliin palauttamista ja käyttämällä täydelleen reaktiossa syntyneet kalorit hyväksi, voidaan keksinnön mukaisen menetelmän avulla säästää huomattavasti energiaa.

Sekoitus-granuloimislaitteeseen lisättävien nestemäisten aineiden määrän on oltava ainakin riittävän suuri kostuttamaan kiinteät aineet ja agglomeroimaan pölyhiukkaset siten, että estetään niiden lentäminen kuivauslaitteeseen. Useimmiten pidetään parhaana sitä, että granuloimislaitteesta poistuva aine saadaan osittain granuloiden muodossa, ja se sisältää esimerkiksi 30-50 % halutun karkeusasteen jyväsiä.

Mikäli nestemäisten raaka-aineiden, muiden kuin happojen, määrä joka lisätään granulointilaitteeseen, ei ole riittävä saamaan aikaan haluttua raekokoa, on olemassa yksinkertainen keino sen parantamiseksi.

Happovirta jaetaan kahteen osaan. Toinen osa johdetaan putkimaiseen reaktoriin, joka syöttää kuivauslaitetta. Toinen osa neutraloidaan erikseen ja saatu suspensio johdetaan granulointilaitteeseen. Tämä neutraloiminen voidaan suorittaa millä tunnetulla laitteella tahansa, esimerkiksi jossakin altaassa tai toisessa putkimaisessa reaktorissa, joka avautuu granulointilaitteeseen.

Mikäli nestemäisten aineiden, muiden kuin happojen määrä, joka on lisättävä granulointilaitteeseen, on päinvastoin liian suuri sykliin palautusasteen pysyttämiseksi pieneenä, voidaan asiaa auttaa sumuttamalla kuivauslaitteeseen osa näistä nestemäisistä aineista.

Yksinkertainen keino suorittaa tämä operaatio ilman lisälaitteita on johtaa haluttu nestemäisten aineiden fraktio kuivauslaitteen putkimaiseen reaktoriin, jossa tapahtuu sumuttaminen. Kun kyseessä on ammoniumnitraatin tai urean konsentroitunut liuos, on edullista suorittaa tämä lisääminen putkimaisen reaktorin ulosmenoaukon lähellä, niin että vältetään näiden suolojen hajoaminen kuumassa ja happamassa väliaineessa.

Teollisessa käytännössä esiintyy tavallisesti ensimmäinen vaihtoehto, nimittäin happamen virran osan ohjaaminen granulointilaitteeseen. Happojen virran jakaminen neutraloimisreaktorien kesken, mitkä syöttävät vastavasti granulointilaitetta ja kuivauslaitetta, on hyvin yksinkertainen, käytännöllinen ja tehokas keino säädellä granulointia. Tämän ansiosta voidaan työskennellä hyvin pienellä sykliin palauttamisasteella, alle 5 ker-

taa ja tavallisesti alle 3 kertaa valmistuksen aikana. Kokemus osoittaa, että granuloituminen on hyvin stabiilia; voidaan vaihdella hyvin laajoissa rajoissa nesteiden jakautumista granulointilaitteen ja kuivauslaitteen kesken ilman että olisi muutettava huomattavasti sykliin palauttamista.

Menetelmä antaa siis hyvin suuren joustamismahdollisuuden säätelyssä ja ohjaus käy helposti työsalissa.

Jos otetaan yleisesti huomioon kaikki nestemäiset aineet, jotka johdetaan sisään granulointilaitteeseen ja kuivauslaitteeseen mukaan luettuina happojen neutraloinnista tulevat suspensiot, on nestemäisten aineiden kokonaismassan fraktio, joka johdetaan kumpaankin näistä kahdesta laitteesta, 10-90 % nestemäisten aineiden kokonaismassasta.

Menetelmässä voidaan, yhtä hyvin kuin traditionaalisissa menetelmissä, säädellä halutulla tavalla atomisuhdetta N/P lopullisessa tuotteessa olevassa ammoniumfosfaatissa mihinkä tahansa arvoon välillä 1,0 - noin 1,8, eli valmistaa käytännöllisesti katsoen koko asteikko monoammoniumfosfaatin ja diammoniumfosfaatin seoksia. Ammoniakin määrä, mikä johdetaan neutralointireaktoriin, mikä syöttää granulointilaitetta ja putkimaiseen reaktoriin, mikä syöttää kuivauslaitetta, säädetään tavallisesti siten, että neutraloidaan täydellisesti muut hapot kuin fosforihappo ja neutraloidaan fosforihappo N/P-suhteeseen asti, joka on välillä 0,8-1,6, etupäässä välillä 1,0-1,4. Ammoniakin lisäruiskutuksen avulla granulointilaitteessa aineen alustan alapuolelta voidaan nostaa tätä suhdetta N/P ja saada kaikissa tapauksissa suhde, joka on yhtä suuri tai suurempi kuin 1,0 lopullisessa tuotteessa.

Yleensä pidetään parhaana antaa putkimaisen reaktorin, joka aukeaa kuivauslaitteeseen, toimia yli 1,0:n suhteella, mutta alle 1,4, ammoniakkihäviöiden välttämiseksi. Siitä huolimatta on mahdollista saada lopulliseen tuotteeseen suhde N/P yhtä korkeaksi kuin traditio-naalisissa menetelmissä, esimerkiksi 1,5-1,8.

Tätä tarkoitusta varten ruiskutetaan riittävä määrä ammoniakkia granulointilaitteeseen niin että suhde N/P tulisi välille 1,6-2,0 kosteassa kiinteässä aineessa, joka tulee kuivauslaitteeseen. Kun tähän sumutetaan suspensiota, jossa suhde N/P = 1,0-1,4, laksee keskimääräinen atomisuhde aineessa, joka poistuu kuivauslaitteessa, mutta tämä vaikutus on vähemmän selvä halutun raekoon omaavan aineen fraktiossa, joka muodostaa lopullisen tuotteen sillä, kuten on havaittu, osa putkimaiseen reaktoriin suihkutetusta suspensiosta kiteytyy lentäessään hyvin pienten pallostien muotoon, joita on syklonien pohjalla ja seulontajätteissä, jotka on erotettu seulomalla granuloidusta lopullisesta tuotteesta.

Nämä hyvin pienet hiukkaset, jotka ovat pääasiallisesti monoammoniumfosfaattia, palautetaan täten kaikki takaisin sykliin granulointilaitteeseen, jossa niiden hienojakoisuus ja niiden suuri pinta ovat erittäin edulliset ammoniakin absorboitumiselle, jota ruiskutetaan granulointilaitteeseen, siksi kunnes ne muuttuvat diammoniumfosfaatiksi.

Tämän lisäksi on ammoniakin häviö kuivauslaitteessa paljon pienempi kuin aikaisemman tekniikan mukaisessa menetelmässä minkä katsotaan johtuvan siitä seikasta, että jokainen jyvänen on runsaasti monoammoniumfosfaattia sisältävän kalvon ympäröimä, mikä pidättää ammoniakkia, jota on vapautunut kuivauksen aikana jyvän keskellä olevasta diammoniumfosfaatista.

Näistä kahdesta syystä on suhde N/P lopullisessa määrätyn kokoisessa tuotteessa korkeampi kuin olisi odotettu säädettyäessä seosta ja otettaessa huomioon tavallisesti havaittu ammoniakin häviö kun kuivataan diammoniumfosfaattia sisältävää ainetta.

Huomautettakoon vielä, että runsaasti monoammoniumfosfaattia sisältävä kalvo, mikä peittää jokaisen granulointilaitteeseen palautetun hiukkasen, on fysikaaliselta olomuodoltaan hienojakoinen ja huokoinen, mikä edistää suuresti ammoniakin absorboitumista tässä granulointilaitteessa.

Tämä mielenkiintoinen ominaisuus, että kuivauslaitteen putkimaisessa reaktorissa on jyvästen päälle laskeutunut monoammoniumfosfaattia oleva pintakerros, on menetelmän huomattava etu verrattuna aikaisempaan tekniikkaan.

Kun valmistetaan diammoniumfosfaattia sisältäviä lannoitteita, on välttämätöntä ottaa talteen ammoniakki, joka vapautuu granulointilaitteesta, kuivauslaitteesta ja mahdollisesti granulointilaitetta syöttävästä neutralointialtaasta. Tätä varten pestään näistä laitteista poistetut kaasut panemalla ne kontaktiin vesiliuoksen kanssa, joka pidetään happamana lisäämällä rikki-, typpi- tai fosforihappoa.

Tämä pesu pidättää samanaikaisesti pölyhiukkaset, jotka ovat päässeet sykloneista. Tällä tavoin saadaan lannoite-suoloja sisältävä liuos, joka on palautetta valmistus-sykliin. Tämä nestevirta voidaan johtaa granulointilaitteeseen tai neutralointireaktoreihin. Tämä lisäys putkimaiseen reaktoriin, joka aukeaa kuivauslaitteeseen, tuo sinne lisää vettä, mikä edistää ammoniakin kiinnittymistä.

Kun valmistetaan kaupallista diammoniumfosfaattia, jossa

atomisuhde N/P on tavallisesti välillä 1,81 - 1,85, lisätään edullisesti sekoittimeen jokin määrä kuivattua ainetta, joka on palautettu sykliin noin 3 kertaa valmistuksen aikana, ja käytetään fosforihappoa, jonka konsentraatio on tavallisesti välillä 42-50 % P_2O_5 :ä erikoisesti siitä riippuen, onko ammoniakki nestemäisessä vai kaasumaisessa muodossa, jaetaan kahteen lähes yhtä suureen osaan fosforihappovirta, neutraloidaan molemmat osat atomisuhteeseen $N/P = 1,2 - 1,5$ asti molemmissa putkimaisissa reaktoreissa, jotka laskevat vastaavasti granulointilaitteeseen ja kuivauslaitteeseen ruiskuttaen ammoniakkia aineen alustan alle granulointilaitteessa niin että granulointilaitteesta poistuvaan tuotteeseen saadaan atomisuhde $NP = 1,9 - 2$.

Keksinnön mukaista menetelmää voidaan helposti soveltaa jo olemassa oleviin traditionaalisen tyyppin mukaisiin lannoitegranuloiden valmistuslaitteisiin.

Tätä varten riittää, että asennetaan putkimainen granulointireaktori, joka aukeaa kuivauslaitteeseen, yksinkertainen ja halpa laite. Tuloksena on huomattava väheneminen sykliin palauttamisissa ja tuntuva säästö kalorikulutuksessa, jopa joissakin tapauksissa kulutuksen täysi loppuminen.

Näiden kahden seikan yhteisvaikutuksen ansiosta voi tuotanto tavallisesti nousta yli 50 % mikäli lisälaitteet sovelletaan uusiin virtaustehoihin varsinkin kiinteiden ja nestemäisten raaka-aineiden syöttö, lopullisen tuotteen jäädytys ja poistaminen.

Hapon tai happoseoksen lisäämisen sijaista kuivauslaitteen putkimaiseen reaktoriin voidaan lisätä myös hapanta suspensiota, esimerkiksi suspensiota, jota on saatu luonnon fosfaatin liuotuksesta ylimäärällä happonestettä, joka sisältää ainakin yhtä seuraavista hapoista: fosfori-,

rikki- ja typpihappo. Joissakin valmistusmenetelmissä, NP/NPK-lannoitteiden esimerkiksi, liuotetaan luonnon fosfaattia typpihapon avulla, erotetaan kiteyttämällä muodostunut kalsiumnitraatti, neutraloidaan ammoniakilla saatu hapan suspensio sarjassa sekoitettavia altaita ja konsentroidaan lopullinen suspensio tavallisesti siten, että siinä on alle 6 % vettä ennen granuloimista. Keksinnön mukaisessa menetelmässä jätetään konsentraatiovaihe pois ja neutraloimisvaihe suoritetaan kahden putkimaisen reaktorin avulla, jotka laskevat vastaavasti granuloimislaitteeseen ja kuivauslaitteeseen. Hapan suspensio jaetaan näiden kahden putkimaisen reaktorin kesken siten, että säädetään granuloimista paremmin. Huolimatta korkeasta vesipitoisuudesta suspensioissa onnistutaan tällä tavoin toimimaan siten, että kuivatun aineen syklinpalautusten määrä on alle 5 kertaa valmistuksessa.

On selvää, että voidaan tehdä useita muunteluja ja variantteja keksinnöstä, joka on edullä selostettu, ilman että poikettaisiin keksinnön hengestä ja piiristä.

Keksinnön mukainen menetelmä soveltuu granuloitujen NP/NPK-lannoitteiden hyvin laajan asteikon valmistamiseen. Voidaan erikoisesti mainita:

- ammoniumfosfaatit: monoammonium-, diammoniumfosfaatti ja niiden seokset,
- lannoitteet, jotka perustuvat ammoniumsulfaattiin ja -fosfaattiin, rikkihappo ja fosforihappo jaetaan sopivissa suhteissa granulointilaitteen ja kuivauslaitteen putkimaisiin reaktoreihin siten, että voidaan paremmin säädellä granulointia,
- lannoitteet, jotka perustuvat ammoniumnitraattiin ja ammoniumfosfaattiin.

Ammoniumnitraatin liuos johdetaan granulointilaitteeseen, osa voidaan suunnata kohti kuivauslaitteen putkimaista reaktoria.

Fosforihappo jaetaan neutralointilaitteen reaktorin, esimerkiksi putkimaisen reaktorin, joka syöttää granulointilaitetta ja kuivauslaitteen putkimaisen reaktorin kesken.

- lannoitteet, jotka perustuvat ureaan ja ammoniumfosfaattiin, sama menetelmä ja samat variantit,
- lannoitteet, jotka on saatu ns. "nitriittiliuotus"-menetelmien avulla oli kyseessä luonnon fosfaatin liuotus yksin typpihapon avulla sekä kalsiumnitraatin saostaminen, tai fosfaatin liuotus typpi-, rikki- ja fosforihappojen seoksella.

Keksinnön mukainen menetelmä soveltuu tietenkin edullisesti myös muiden erilaisten tuotteiden valmistukseen lähtemällä nestemäisistä raaka-aineista, joiden annetaan reagoida putkimaisessa reaktorissa, jonka annetaan aueta kuivauslaitteeseen tai hehkutuslaitteeseen.

Mutta kyseessä oleva keksintö voidaan helpommin ymmärtää liitteenä olevan kaavion ja seuraavien esimerkkien avulla, jotka on annettu asian valaisemiseksi eikä lainkaan rajoittavassa mielessä.

Laite käsittää pääasiallisesti seuraavat osat:

- sekoitus-granuloimislaitteen 1 ja kuivauslaitteen 2, jotka on asennettu sarjaan. Seuraavissa esimerkeissä granuloimislaite 1 ja kuivauslaite 2 muodostuvat pyörivistä rummuista, joiden akseli on hieman viisto vaakasuoraan tasoon nähden,
- seulontalaitteen 3, joka vastaanottaa kuivauslaitteesta 2 tulevat aineet ja jonka avulla ne voidaan luokitella kolmeen fraktioon. Aine, joka on liian karkea, jauhetaan ja palautetaan takaisin sykliin samanaikaisesti kuin liian hienorakeinen aine granulointilaitteen sisäaukosta kohdassa 4,
- putkimaisen neutralointireaktorin 5, joka aukeaa kui-

vauslaitteeseen ja mahdollisesti toisen putkimaisen reaktorin, joka ei ole esitettyä, ja joka aukeaa granulointilaitteeseen 1.

Raaka-aineet lisätään seuraavalla tavalla:

- kohdasta 6 fosforihappo putkimaiseen reaktoriin 5, kohdasta 7 ammoniakki, joka jaetaan putkimaisen reaktorin 5 ja ammoniakin levitysrampin 8 kesken, joka jälkimmäinen sijaitsee aineen alla granulointilaitteessa,
- vesiliuos (esimerkiksi ammoniumnitraatin tai urean) kohdasta 9, joka jaetaan granulointilaitteeseen putken 10 avulla, joka on rei'itetty tai varustettu sumutinlaitteilla,
- kohdasta 11 kiinteät raaka-aineet,
- kohdasta 12 mahdollisesti typpihapon tulojohto.

Kuivausilma tunkeutuu kohdasta 13 kuivauslaitteeseen, se kuumennetaan mikäli on tarpeen, kohdassa 14; se poistetaan vesihöyryn mukana kohdasta 15; samoin kaasut poistetaan sekoitus-granulointilaitteesta kohdassa 16.

Lopullinen tuote otetaan talteen kohdassa 17 ja siitä palautetaan mahdollisesti osa takaisin sykliin kohdassa 18. Kohdasta 19 ja/tai 20 lisätään kaasun puhdistuslaitteista tuleva tai tulevat nestemäiset päästöt joko kohdassa 19 putkimaiseen reaktoriin ja/tai kohdassa 20 granulointilaitteeseen.

Esimerkki 1 - Diammoniumfosfaatin valmistaminen

Kaupallinen tuote 18.46.0 vastaa seuraavaa kokoomusta:

NH_3	218,6 josta	$\left[\begin{array}{l} 18,6 \text{ sidottuna } \text{H}_2\text{SO}_4\text{:llä} \\ 200,0 \text{ sidottuna } \text{H}_3\text{PO}_4\text{:llä} \end{array} \right.$
H_2SO_4	53,6	

Fosforihappo:

P_2O_5	460,0
H_2O sitoutu- neena P_2O_5 :een	174,8
epäpuhtauksia	83,0
HO_2 vapaa	<u>10,0</u>
Yhteensä	1000,0

Tässä tuotteessa on atomisuhde $\text{N/P} = 1,82$.

Käytetään märkämenetelmällä saatua fosforihappoa, jonka konsentraatio on 48 % P_2O_5 :ttä ja vedetöntä nestemäistä ammoniakkia.

Käytetään edellä selostettua laitteistoa, jossa on kaksi putkimaista reaktoria, jotka laskevat vastaavasti toinen granulointilaitteeseen ja toinen kuivauslaitteeseen.

Rikkihappo ja kaasujen pesusysteemistä ulosvirtaava neste, jota ei ole kuvassa, johdetaan sisään granulointilaitteen putkimaiseen reaktoriin.

Fosforihapon virta jaetaan kahteen lähes samankokoiseen osaan:

Ensimmäinen puoli syöttää granulointilaitteen putkimaista reaktoria, joka toimii suhteella 1,35-1,45. Ammoniakin lisäruiskuttaminen aineen alustaan nostaa tämän suhteen 1,96:een kuivauslaitteeseen menevässä aineessa.

Fosforihapon toinen puoli neutraloidaan kuivauslaitteen

putkimaisessa reaktorissa siksi kunnes suhde on 1,2.

Kun sykliin palauttaminen on säädetty kolmeksi kerraksi valmistuksen aikana, niin lopullisen tuotteen sisältämää H_3PO_4 -molekyyliä kohti sekoitetaan siis kuivauslaitteeseen:

3,5 mol H_3PO_4 :ää, joka neutraloidaan käyttäen

$$3,5 \times 1,96 = 6,86 \text{ mol } NH_3:a$$

0,5 mol H_3PO_4 :ää, joka neutraloidaan käyttäen

$$0,5 \times 1,20 = 0,60 \text{ mol } NH_3:a$$

4,0 mol H_3PO_4 :ää, joka neutraloidaan käyttäen

$$\dots\dots\dots 7,46 \text{ mol } NH_3:a$$

mikä vastasi suhdetta N/P = 1,865 koko tuotteessa, mikä poistuu kuivauslaitteesta, ellei olisi lainkaan ammoniak-kihäviötä kuivauksen aikana.

Todellisuudessa kaksi vastakkaista vaikutusta antaa suhteen N/P joka on hieman erilainen tämän tuotteen siinä fraktiossa, joka on haluttua raekokoa ja muodostaa lopullisen tuotteen:

- yhtäältä osa suspensiota, jossa on suhde N/P = 1,2 kiinteytyy lentäessään hyvin hienoiksi hiukkasiksi liittymättä halutun raekoon omaaviin jyväsiin, mikä aikaansaa niissä korkeamman suhteen N/P kuin seulontajätteissä,
- toisaalta liittyy kuivaukseen jonkin verran ammoniakin häviötä, mikä pienentää jonkin verran suhdetta N/P jyväsissä.

Kaiken kaikkiaan on suhde N/P lopullisessa määrätyn raekoon omaavassa tuotteella 1,82-1,84.

Ammoniakkihäviö kuivauksen aikana on paljon pienempi kuin aikaisemman tekniikan mukaisessa menetelmässä, jossa käytetään ammoniakin lisäys-granuloimislaitetta; se ei ole kuin suunnilleen 3 % entisen 7 %:n asemesta.

Sen ansiosta, että suspensio jaetaan granuloimislaitteen ja kuivauslaitteen kesken on sykliin palauttaminen vähentynyt 3 kertaan valmistuksen aikana aikaisemman tekniikan mukaisten 5-6 kerran asemesta valmistuksen aikana.

Esimerkki 2

Valmistetaan NPK-lannoitetta, jonka kaava on 17.17.17 ja joka perustuu ammoniumnitraattiin ja -fosfaattiin, granuloimislaitteistossa, joka käsittää sarjaan asennettuina granuloimislaitteen ja pyörivän kuivauslaitteen ja kuiva-
tun tuotteen sykliin palautus tapahtuu granuloimislaitteen yläpäästä. Granuloimislaite ja kuivauslaite on varustettu kumpikin putkimaisella reaktorilla, jossa fosforihappo neutraloidaan vedettömän ammoniakkin kanssa.

Eri kohdissa laitteistoa lisätyt määrät on ilmoitettu alla olevan taulukon I yläosassa. Käytetään tavallista superfosfaattia lannoitteen tiitterin säätämiseen.

Sen pienen ammoniakkimäärän talteenottamiseksi, (5-10 % kokonaismäärästä), mikä pääsee karkuun granuloimislaitteessa ja kuivauslaitteessa, suunnataan fosforihappofraktion (tai typpihapon fraktio, jota käytetään valmistamaan ammoniumnitraattia) kaasujen pesusysteemiin, josta se palautuu sitten takaisin toiseen tai toiseen putkimaiseen reaktoriin.

Se ei muuta raaka-aineiden tasapainoa, mutta tuo lisää vettä jonkin verran.

Tätä vesilisää säädellään siten, että pidetään sen nesteen tiheys, joka kiertää kaasupesulaitteiden päällä arvossa alle 1,4, jotta vältettäisiin kiteytymisiä ja voitaisiin pitää ammoniakkia ja pölyä sisältävien kaasujen pesu tehokkaana. Tämä lisävesi suhteessa fosforihapon suoraan käyttämiseen, jossa on 49 % P_2O_5 :ttä, tai

NH_4NO_3 :n 93-prosenttisen liuoksen käyttämiseen, on esitettyä otsikolla "kaasun pesulaitteista tuleva vesi" taulukossa I.

Atomisuhde N/P laitteen eri kohdissa käy ilmi taulukosta II.

Tämä suhde on jonkin verran korkeampi lopullisessa tuotteessa kuin olisi voitu olettaa seosten suhteesta johtuen sykliin palautetuista hyvin pienistä hiukkasista, lennossa kiteytyneistä pienistä monoammoniumfosfaattipallosista kuivauslaitteessa.

Keksinnön mukaisen menetelmän edut, jotka perustuvat siihen, että puolet fosforihapon virtaamasta johdetaan putkimaiseen kuivauslaitteen reaktoriin, käyvät ilmi taulukosta II, jossa on merkitty taulukon alaosaan tulokset, jotka on saatu ennestään tunnetun menetelmän avulla, jossa johdetaan fosforihappo kokonaisuudessaan granulointilaitteen putkimaiseen reaktoriin.

Sykliin palautusaste putoaa 6 kerrasta 3,2 kertaan valmistuksen aikana, polttoaineen kulutus vähenee puolella kaikkien muiden tekijöiden ollessa samana, ja jo olemassa olevassa laitteistossa lisääntyy tuotanto 53 %. Tuontoa ei enää rajoita sykliinpalautuskapasiteetti, vaan yksinomaan laitteiston omat rajoitukset.

Tämän esimerkin mukaan saadulla tuotteella on lähes palomainen ulkomuoto ja sen granulometria on seuraava: hiukkasia, joiden diametri on yli 4 mm: 0; välillä 3,15-4 mm: 35 %; välillä 2-3,15 mm: 65%.

Seuraavissa esimerkeissä käytetyt määrät ja tyypilliset työskentelyolosuhteet on ryhmitelty myöhemmin tulevilla taulukoilla I ja II.

Esimerkki 3

Käytetään kuten seuraavissa esimerkeissä 4 ja 7, edellä esitettyä laitteistoa, jossa on yksi ainoa putkimainen reaktori, joka laskee kuivauslaitteeseen, johon johdetaan fosforihappo kokonaisuudessaan.

Esimerkki 4

Tässä esimerkissä johdetaan putkimaiseen reaktoriin samalla kertaa fosforihappoa ja typpihappoa, tämä viimeksi mainittu pisteviivalla esitettyä linjaa 12 pitkin.

Säilytetään ainoastaan vähän ammoniumnitraattinestettä granulointilaitteessa pölyn agglomeroimiseen ja jotta estettäisiin niiden lentäminen kuivauslaitteeseen, jossa granulointi tapahtuu pääasiassa. Siitä syystä, että käytetään 58-prosenttista typpihappoa kuivauslaitteen putkimaisessa reaktorissa, on haihdutettavan veden määrä 2,5 kertaa suurempi kuin esimerkissä 3, mutta kaikkiaan käytetyn ammoniakkin määrä on 1,91-kertainen, mikä lisää lähes samoissa suhteissa neutraloinnissa vapautuvaa lämpöä.

Esimerkit 5 ja 6

Työskennellään kuten esimerkissä 2 edellä jakaen eri lailla fosforihappo granulointilaitteen ja kuivauslaitteen putkimaisten reaktorien välillä.

Esimerkki 7

Työskennellään kuten edellä esimerkeissä 3 ja 4.

Taulukossa II on ilmoitettu myös atomisuhteen N/P arvot eri kohdissa kiertoa.

Vaikka suhde N/P kuivauslaitteen putkimaisesta reaktorista poistuesssa on rajoitettu arvoon 1,2 suunnilleen, jotta vältettäisiin ammoniakkihäviöitä, joita on vaikea

saada takaisin, voidaan keksinnön mukaisen menetelmän avulla valmistaa lannoitteita, jotka sisältävät huomattavan annoksen diammoniumfosfaattia, kuten osoittavat esimerkit 2-6.

Lisäetu on se, että tämä suhde säädetään arvoon yli 1 laitteiston kaikissa kohdissa, joten voidaan estää käytännöllisesti katsoen täysin fluorin päästäminen.

Taulukon II alaosassa ovat koottuina saman tehtaan suorituservot ennen putkimaisen reaktorin asentamista, joka aukeaa kuivauslaitteeseen. Keksinnön mukaisen menetelmän tulosten vertailu osoittaa, kuinka arvokkaita ovat saadut edistysaskeleet.

Lannoitteiden 18.22.12 ja 15.20.20 kohdalla on tuotannon kasvu 60-70 %. Sähköenergian kulutus on vähentynyt samoissa suhteissa, kun taas polttoaineen kulutus on täysin lakannut.

TAULUKKO I

Granulointilaitteeseen ja kuivauslaitteen putkimaiseen reaktoriin johdetut määrät, kilogrammoina tonnia kohti lopullista tuotetta

Esimerkin n:o	2	3	4
Kaava	17.17.17	17.17.17	17.17.17
<u>Granuloimislaitteen sisään johdetut aineet</u>			
1) <u>Kiinteät aineet</u>			
Sykliin palautettu kuivattu aine	3200	2500	2000
Superfosfaatti, jossa 18 % P_2O_5 :ttä	54	45	45
Kaliumkloridi, jossa 60 % K_2O :ta	284	284	284
<u>YHTEENSÄ</u>	<u>3538</u>	<u>2829</u>	<u>2329</u>
2) <u>Nestemäiset aineet</u>			
a) johdetaan suoraan			
Liuos, jossa 92 % NH_4NO_3 :a	363	378	100
Alustalle ruiskutettu ammoniakki	18	16	16
b) johdetaan putkimaisen reaktorin kautta			
Fosforihappo, jossa 49 % P_2O_5 :ttä	164	-	-
Ammoniakki	27	-	-
Kaasun pesulaitteesta palaava vesi	12	-	-
<u>Nestemäisiä aineita kaikkiaan</u>	<u>584</u>	<u>394</u>	<u>116</u>
<u>Kuivauslaitteen putkimaisen reaktorin sisään johdetut aineet</u>			
Typpihappo, jossa 58 % HNO_3 :a	-	-	350
Fosforihappo, jossa 4 % P_2O_5 :a	164	331	331
Ammoniakki	20	43	97
Kaasun pesulaitteista poistuva vesi	-	7	9
<u>Nestemäistä ainetta kaikkiaan</u>	<u>184</u>	<u>381</u>	<u>787</u>
<u>Kaikkiaan nestemäisiä aineita</u>	<u>768</u>	<u>775</u>	<u>903</u>
<u>Kaikkiaan granulointilaitteessa ja kuivauslaitteessa haihdutettu vesi</u>	<u>104</u>	<u>104</u>	<u>232</u>

TAULUKKO I (jatkoa)

Esimerkin n:o	5	6	7
Kaava	15.20.20	18.22.12	23.23.00
<u>Granuloimislaitteen sisään johdetut aineet</u>			
1) <u>Kiinteät aineet</u>			
Sykliin palautettu kuivattu aine	2500	3000	3000
Superfosfaatti, jossa 18 % P_2O_5 :ttä	22	60	68
Kaliumkloridi, jossa 60 % K_2O :a	334	200	-
<u>YHTEENSÄ</u>	<u>2856</u>	<u>3260</u>	<u>3068</u>
2) <u>Nestemäiset aineet</u>			
a) johdetaan suoraan			
liuos, jossa on 92 % NH_4NO_3	265	345	577
alustalle ruiskutettu ammoniakki	24	26	-
b) johdetaan putkimaisen reaktorin kautta			
Fosforihappo, jossa 49 % P_2O_5 :a	100	86	-
Ammoniakki	16	14	-
Kaasun pesulaitteesta palaava vesi	8	9	-
<u>Nestemäisiä aineita kaikkiaan</u>	<u>413</u>	<u>480</u>	<u>577</u>
<u>Kaasulaitteen putkimaiseen reaktoriin johdetut</u>			
Typpihappo, jossa 58 % HNO_3 :a	-	-	-
Fosforihappo, jossa 49 % P_2O_5 :ttä	300	342	445
Ammoniakki	39	44	54
Kaasun pesulaitteista tuleva vesi	-	-	3
<u>Nestemäisiä aineita</u>	<u>339</u>	<u>386</u>	<u>502</u>
<u>Yhteensä nestemäisiä aineita</u>	<u>752</u>	<u>866</u>	<u>1079</u>
Kaikkiaan granuloimislaitteesta ja kuivauslaitteesta haihdutettu vesi	108	126	147

TAULUKKO II

Nestemäisten raaka-aineiden jakaminen granuloimislaitteen ja kuivauslaitteen kesken ja muut työskentelyolosuhteet

Esimerkin n:o	2	3	4
Kaava	17.17.17	17.17.17	17.17.17
Nestemäisten aineiden jakautuminen			
Fosforihappo			
% granuloimislaitteeseen	50	0	0
% kuivauslaitteeseen	50	100	100
Ammoniumnitraattiliuos			
% granuloimislaitteeseen	100	100	26,3
% kuivauslaitteeseen	0	0	73,7
Kaikki nestemäiset aineet			
% granuloimislaitteeseen	76	51	13
% kuivauslaitteeseen	24	49	87
Suhde <u>nestemäiset aineet</u> <u>kiinteät aineet</u>	0,16	0,14	0,05
jotka johdetaan granuloimis- laitteeseen			
Atomisuhde N/P			
- poistuessa granuloimislait- teen putkimaisesta reaktorista	1,40	-	-
- poistuessa granuloimis- laitteesta	1,73	1,61	1,67
- poistuessa kuivauslaitteen putkimaisesta reaktorista	1,04	1,10	1,10
- poistuessa kuivauslaittees- ta (lopullinen tuote)	1,66	1,49	1,48
Sykliin palauttamisaste	3,2	2,5	2,0
Tuotanto tunnissa tonnia	92	92	92
Lämmitysöljyn kulutus kilo- sa tonnia kohti valmista tuotetta	4	3	3
Vertailun vuoksi:			
Työolosuhteet, joissa ei käy- tetä kuivauslaitteen putki- maista reaktoria			
Sykliin palautusaste	6	6	6
Tuotanto tunnissa tonneissa	60	60	60
Lämmitysöljyn kulutus kilo- sa tonnia kohti valmista tuotetta	8	8	8

TAULUKKO II (jatkoa)

Esimerkin n:o	5	6	7
Kaava	15.20.20	18.22.12	23.23.00
<u>Nestemäisten aineiden jakautuminen</u>			
Fosforihappo			
% granulointilaitteeseen	25	20	0
% kuivauslaitteeseen	75	80	100
Ammoniumnitraattiliuos			
% granulointilaitteeseen	100	100	100
% kuivauslaitteeseen	0	0	0
Kaikki nestemäiset aineet			
% granulointilaitteeseen	55	55,4	53,5
% kuivauslaitteeseen	45	44,6	46,5
Suhde $\frac{\text{nestemäiset aineet}}{\text{kiinteät aineet}}$	0,14	0,15	0,19
jotka johdetaan granulointilaitteeseen			
<u>Atomisuhde N/P</u>			
- poistuesssa granulointilaitteen putkimaisesta reaktorista	1,36	1,39	-
- poistuesssa granulointilaitteesta	1,80	1,78	1,00
- poistuesssa kuivauslaitteen putkimaisesta reaktorista	1,10	1,09	1,00
- poistuesssa kuivauslaitteesta (lopullinen tuote)	1,67	1,67	1,00
Sykliin palautusaste	2,5	3,0	3,0
Tuotanto tunnissa tonneissa	95	85	80
Lämmitysöljyn kulutus kiloissa tonnia kohti lopullista tuotetta	0	0	0
Vertailun vuoksi:			
Työolosuhteet, joissa ei käytetä kuivauslaitteen putkimaista reaktoria			
Sykliinpalautusaste	4,5	5,3	6
Tuotanto tunnissa tonneissa	70	65	55
Lämmitysöljyn kulutus kiloissa tonnia kohti lopullista tuotetta	7	7	6

Patenttivaatimukset

1. Kaksivaiheinen jatkuva menetelmä kiinteiden hiukkasten muodossa olevien tuotteiden, erikoisesti ammoniumfosfaatteja sisältävien NP/NPK-lannoiterakeiden valmistamiseksi, jossa menetelmässä ensimmäinen vaihe suoritetaan johtamalla ensimmäiseen vyöhykkeeseen (1) kiinteitä raaka-aineita, kuten kaliumsuolaa ja/tai superfosfaattia, kiertoon palautettua kuivaa tuotetta, nestemäisiä aineita, kuten ammoniumfosfaattisuspensiota ja/tai ammoniumnitraattiliuosta ja/tai urealiuosta ja mahdollisesti ammoniakaalista juoksevaa ainetta, siirretään täten saatu kiinteä, kostea, sekoitettu tuote toiseen vyöhykkeeseen (2), joka on kuivausvyöhyke ja jossa toinen vaihe suoritetaan, jonka vyöhykkeen läpi virtaa kaasuvirta, joka mahdollisesti on kuumennettu ja lisätään vyöhykkeeseen (2) happaman nesteen ja ammoniakaalisen juoksevan aineen välisestä reaktiosta saadun suspension suihku, joka hapan neste on fosforihappo mahdollisesti seoksena rikkihapon ja/tai typpihapon kanssa tai hapan liuos, joka on saatu liuottamalla luonnonfosfaattia typpihapolla mahdollisesti seoksena rikkihapon ja/tai fosforihapon kanssa, t u n n e t t u siitä, että mainitun happaman nesteen ja ammoniakaalisen juoksevan aineen välinen reaktio suoritetaan ainakin yhden putkimaisen reaktorin (5) avulla, joka avautuu vyöhykkeeseen (2) siten, että suihkutetaan reaktiossa syntyneen suspension ja vesihöyryn seos vyöhykkeestä (1) tulevan kiinteän, kostean, sekoitetun tuotteen päälle, ja kuivataan samanaikaisesti tuloksena oleva tuote ja otetaan talteen saatu kuiva tuote vyöhykkeen (2) ulosmenoaukolta.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että hapan neste on märkämenetelmällä valmistettua fosforihappoa, jonka konsentraatio on 30-54 % P_2O_5 .

3. Patenttivaatimuksen 1 tai 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että toiseen vyöhykkeeseen (2) suihkutetaan putkimaisen reaktorin (5) kautta sellainen määrä suspensiota, joka vastaa 10-90 % kaikista käytetyistä neste-

mäisistä aineista, ja että loput lisätään ensimmäiseen vyöhykkeeseen (1).

4. Jonkin patenttivaatimuksen 1-3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ammoniakkia ruiskutetaan vyöhykkeeseen (1) tuotteen alustan alta.

5. Jonkin patenttivaatimuksen 1-4 mukainen menetelmä sellaisten diammoniumfosfaattirakeiden valmistamiseksi, joiden atomisuhde N/P on välillä 1,81 - 1,85, t u n n e t t u siitä, että vyöhykkeeseen (1) johdetaan sellainen määrä kiertoon palautettua kuivattua tuotetta, joka on suunnilleen 3-kertainen tuotantoon nähden, että fosforihappovirta, jonka konsentraatio on 42-50 % P_2O_5 , jaetaan kahteen olennaisesti yhtä suureen osaan, että nämä kaksi osaa neutraloidaan ammoniakin avulla atomisuhteeseen $N/P = 1,2 - 1,5$ saakka kahdessa putkimaisessa reaktorissa, jotka laskevat vyöhykkeisiin (1) ja (2), ja että ammoniakkia ruiskutetaan tuotteen alustan alta vyöhykkeeseen (1), niin että saadaan tuotetta, jossa atomisuhde N/P on 1,9 - 2 sen poistuessa vyöhykkeestä (1).

6. Laite jonkin patenttivaatimuksen 1-5 mukaisen menetelmän toteuttamiseen, t u n n e t t u siitä, että siinä on granuloimiskierto, joka sarjaan asennettuna käsittää granuloimislaitteen (1) ja kuivauslaitteen (2), joka on varustettu putkimaisella reaktorilla (5).

7. Patenttivaatimuksen 6 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että kuivauslaite (2) muodostuu pyörivästä rummusta.

8. Patenttivaatimuksen 6 tai 7 mukainen laite, t u n n e t t u siitä, että putkimainen reaktori (5) on asennettu tuotteen sisääntuloaukolle pyörivässä kuivauslaitteessa (2) ja että suihku ohjataan kuivauslaitteen sisään lähes kuivauslaitteen akselin suuntaisesti.

9. Jonkin patenttivaatimuksen 6-8 mukainen laite, t u n -
n e t t u siitä, että granuloimislaite (1) muodostuu pyöri-
västä rummusta, joka mahdollisesti on varustettu putkimaisel-
la neutralointireaktorilla ja laitteella (8), jolla ammoni-
akkia ruiskutetaan tuotteen alustan alta.

Patentkrav

1. Kontinuerligt förfarande i två steg för framställning
av produkter i form av fasta partiklar, speciellt NP/NPK-
gödselgranulat som innehåller ammoniumfosfater, i vilket
förfarande det första steget utföres genom att i en första
zon (1) införa fasta råmaterial, såsom ett kaliumsalt och/
eller ett superfosfat, i kretsloppet återförd torr produkt,
vätskeformiga substanser, såsom en ammoniumfosfatsuspension
och/eller en ammoniumnitratlösning och/eller en urealösning,
och möjligen ett ammoniakaliskt fluidum, den så erhållna
fasta, fuktiga, blandade produkten överföres till en andra
zon (2) som utgöres av en torkningszon och vari det andra
steget utföres, genom vilken zon en möjligen uppvärmd gas-
ström strömmar och i zonen (2) införes en spray av en sus-
pension erhållen vid reaktionen mellan en sur vätska och
ett ammoniakaliskt fluidum, vilken sura vätska utgöres av
fosforsyra möjligen i blandning med svavelsyra och/eller
salpetersyra eller utgöres av en sur lösning erhållen genom
lakning av ett naturligt fosfat med salpetersyra möjligen i
blandning med svavelsyra och/eller fosforsyra, k ä n n e -
t e c k n a t av att reaktionen mellan nämnda sura vätska
och det ammoniakaliska fluidet utföres medelst åtminstone
en tubformig reaktor (5) som utmynnar i zonen (2) på sådant
sätt att den vid reaktionen bildade blandningen av suspen-
sion och vattenånga sprayas på den fasta, fuktiga, blandade
produkten från zonen (1) och samtidigt torkas den erhållna
produkten och den erhållna torra produkten tillvaratages
vid utloppet av zonen (2).

2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k -
n a t av att den sura vätskan utgöres av fosforsyra fram-

ställd enligt det våta förfarandet och med en koncentration av 30-54 % P_2O_5 .

3. Förfarande enligt patentkravet 1 eller 2, k ä n n e t e c k n a t av att en sådan mängd suspension som motsvarar 10-90 % av samtliga använda vätskeformiga substanser sprayas in i den andra zonen (2) via den tubformiga reaktorn (5) och att återstoden införes i den första zonen (1).

4. Förfarande enligt något av patentkraven 1-3, k ä n n e t e c k n a t av att ammoniak insprutas under basen av produkten i zonen (1).

5. Förfarande enligt något av patentkraven 1-4 för framställning av diammoniumfosfatgranulat med ett atomförhållande N/P mellan 1,81 - 1,85, k ä n n e t e c k n a t av att en sådan mängd i kretsloppet återförd torkad produkt som är ungefär lika med 3 gånger produktionen införes i zonen (1), att fosforsyraströmmen med en koncentration av 42-50 % P_2O_5 uppdelas i två väsentligen lika stora delar, att dessa två delar neutraliseras med ammoniak upp till ett atomförhållande $N/P = 1,2 - 1,5$ i två tubformiga reaktorer, vilka utmynnar i zonerna (1) och (2), och att ammoniak insprutas under basen av produkten i zonen (1) på sådant sätt att ett atomförhållande N/P av 1,9 - 2 erhålles i produkten som avgår från zonen (1).

6. Anordning för utförande av förfarandet enligt något av patentkraven 1-5, k ä n n e t e c k n a d av att den uppvisar en granuleringskrets som i serie innefattar en granulator (1) och en torkningsapparat (2) som är försedd med en tubformig reaktor (5).

7. Anordning enligt patentkravet 6, k ä n n e t e c k n a d av att torkningsapparaten (2) utgöres av en roterande trumma.

8. Anordning enligt patentkravet 6 eller 7, k ä n n e -
t e c k n a d av att den tubformiga reaktorn (5) är anordnad
vid inloppet för produkten i den roterande torkningsapparaten
(2) och att sprayen riktas in i torkningsapparaten väsentli-
gen parallellt med torkningsapparatens axel.

9. Anordning enligt något av patentkraven 6-8, k ä n n e -
t e c k n a d av att granulatoren (1) utgöres av en roterande
trumma som möjligen är försedd med en tubformig neutralise-
ringsreaktor och med en anordning (8) för insprutning av am-
moniak under basen av produkten.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Kuulutusjulkaisuja:-Utläggningsskrifter: Saksan liittotasavalta-Förbunds-
republiken Tyskland(DE) 1 051 871 (C 05 b).

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: Ranska-Frankrike(FR) 1 573 849
(C 05 g 1/00). Iso-Britannia-Storbritannien(GB) 1 379 761 (C 05 c 3/00).

Ruotsi-Sverige(SE) 225 523 (C 05 b 7/00), 315 910 (C 05 b 7/00).

USA(US) 3 954 942 (C 01 B 15/16), 3 310 371 (23-107), 2 755 176 (71-31),
3 241 946 (71-43).

71720

