

## ПРОЦЕС ГРАНУЛОУТВОРЕННЯ АЗОТНО-КАЛЬЦІЄВО-ГУМІНОВО-СІРКОВІСНИХ ДОБРИВ

Корнієнко Я.М. д-р техн. наук, професор, Гагілов К.О., Науменко Д.О., Магазій П.М.  
Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут», м. Київ

*Проведено дослідження кінетики процесу гранулоутворення азотно-кальцієво-гуміново-сірковмісних та азотно-кальцієво-сірковмісних добрив з реальних розчинів сульфату амонію виробництва капролактаму ВАТ «Азот» м. Черкаси з підвищеним вмістом кальцію. Встановлені технологічні параметри проведення процесу, при яких досягнута пошарова структура гранул міцністю понад 8 Н на гранулу та коефіцієнтом гранулоутворення в межах 95 %.*

*A kinetics of granulation nitrogen-calcium-humic-sulfur and nitrogen-calcium-sulfur fertilizers from the real ammonium sulfate solution of caprolactam production open joint-stock company "Azot" Cherkasy with high content of calcium is studied. The technological process parameters which reached layering structure of granule with strength more than 8 N in grain and granulation efficiency factors-volume within the scope of 95% are specified.*

**Ключові слова:** гранулоутворення, зневоднення, псевдозрідження, гуміново-мінеральні тверді композиції, тепло- та масообмін.

Загострення екологічних проблем при існуючій продовольчій світовій кризі вимагає створення та впровадження новітніх добрив із заданими фізико-хімічними властивостями тобто є актуальною задачею сьогодення, бо сприятиме всебічному впровадженню принципів сталого розвитку в Україні. Це підвищить рентабельність, екобезпечність існуючих виробництв України, та дозволить задовольнити зростаючий попит аграрної галузі на комплексні високоефективні екобезпечні добрива.

Сульфат амонію, який в теперішній час виробляється в якості кристалів з еквівалентним діаметром  $0,7 \div 1,1$  мм, має високу гігроскопічність, високу злежуваність при зберіганні та містить 21 % азоту та 24 % сірки. Сульфат амонію є фізіологічно кислим добривом, що призводить до закислення ґрунтів. Окрім того, виробництво кристалічного сульфату амонію за існуючою технологією є багатостадійним процесом (вакуумкристалізація, центрифугування, сушіння), в якій передбачено виведення частини маточного розчину з кристалізатора для зменшення концентрації домішок мінерального та органічного походження, що негативно впливають на процес кристалізації в цілому. Тому обґрунтування процесу та розробка одностадійної технології утилізації водних розчинів сульфату амонію, що є побічним продуктом при виробництві капролактаму є актуальним завданням.

З урахуванням необхідності впровадження раціонального землекористування, нове покоління добрив повинно вироблятися у вигляді твердих композитів сферичної форми з розмірами  $1,5 \div 4,5$  мм, що містять мінеральні, поживні, компоненти для розкислення, а також мікродомішки стимулюючих речовин, співвідношення яких визначається агроекологічними умовами регіону їх застосування. До особливих вимог також відноситься рівномірність розподілення компонентів по всьому об'єму гранул, міцність яких має перевищувати 8Н на гранулу.

Метою дослідження було визначення технологічних параметрів процесу гранулоутворення азотно-кальцієво-сірковмісних добрив та азотно-кальцієво-гуміново-сірковмісних добрив.

В якості робочого розчину використовувались реальні розчини сульфату амонію виробництва капролактаму з концентрацією  $38 \div 40$  %, до якого додавались (у перерахунку на сухі речовини) 1 % гумінових речовин та до 3% карбонату кальцію. При цьому вміст органічних речовин в перерахунку через хімічну потребу кисню (ХПК) становила  $3000 \div 4000$  мгО<sub>2</sub>/дм<sup>3</sup>. Утворені тверді азотно-кальцієво-гуміново-сірковмісні композити мали відповідно склад, %: N : Ca : Ga : S = (20...21) : (0,4...3) : 1 : (22...24). Процес здійснювався в апараті з псевдозрідженим шаром при відношенні висоти шару  $H$  до діаметра апарат  $D_A$   $H/D_A > 2$ , а для забезпечення направленої вертикальної циркуляції зернистого матеріалу застосовувались вертикальні вставки. Динаміка зміни еквівалентного діаметра частинок у псевдозрідженому шарі, загальний вигляд та мікроструктуру перерізу гранули наведені на рис. 1.

Загальна тривалість дослідів становить 25,5 годин, складається з восьми дослідів з різною тривалістю. Експериментально встановлено, що тенденція зміни еквівалентного діаметра є для всіх часових інтервалів сталою та майже не залежить від початкового значення розмірів частинок (рис.1). Окрім того, гранули мають виражену пошарову структуру (рис.1), що забезпечується завдяки створенню активного

гідродинамічного режиму з направленою циркуляцією. Коефіцієнт гранулоутворення при цьому становив  $\psi > 82\%$ . Особливість кінетики процесу полягає в тому, що при значенні еквівалентного діаметра частинок  $D_e = 2,3\text{мм}$  (задане значення гранулометричного складу продукту) дисперсний склад продовжує прямувати до більших значень, тобто постає задача його стабілізації.

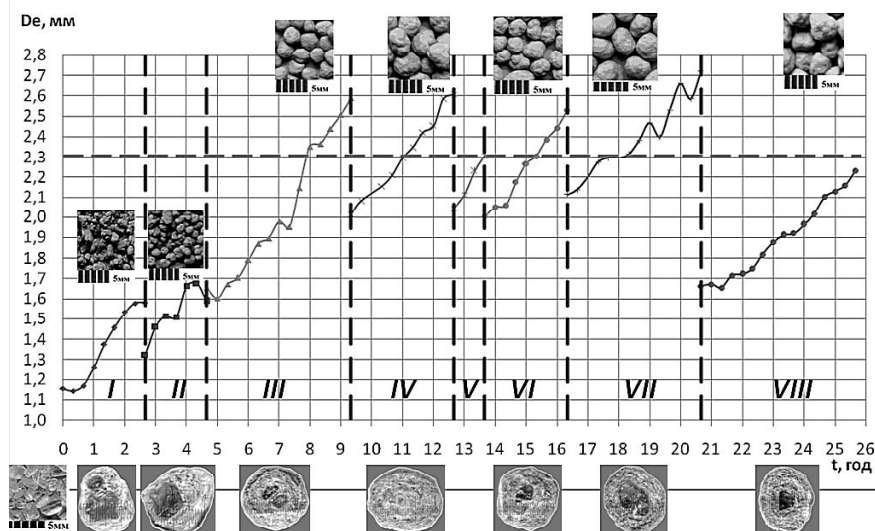


Рис. 1 – Динаміка зміни  $D_e$  в псевдозріженому шарі

Дослідним шляхом також було встановлено, що при збільшенні діаметра гранул від 1,2мм до 4мм, відповідно збільшується міцність гранул від 5 до майже 13 Н на гранулу, рис. 2.

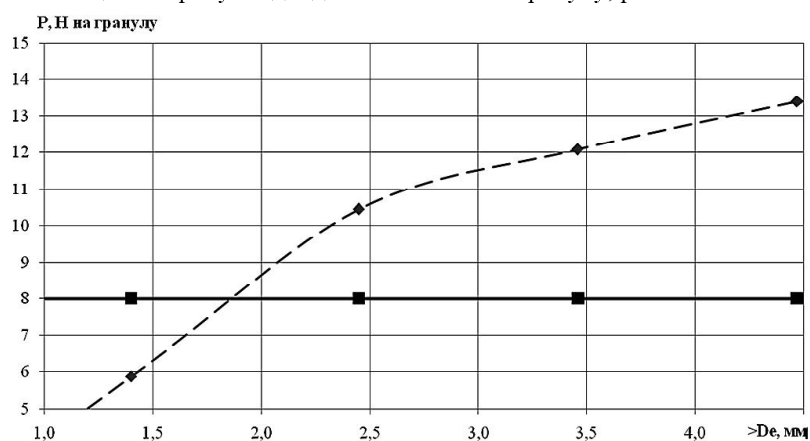


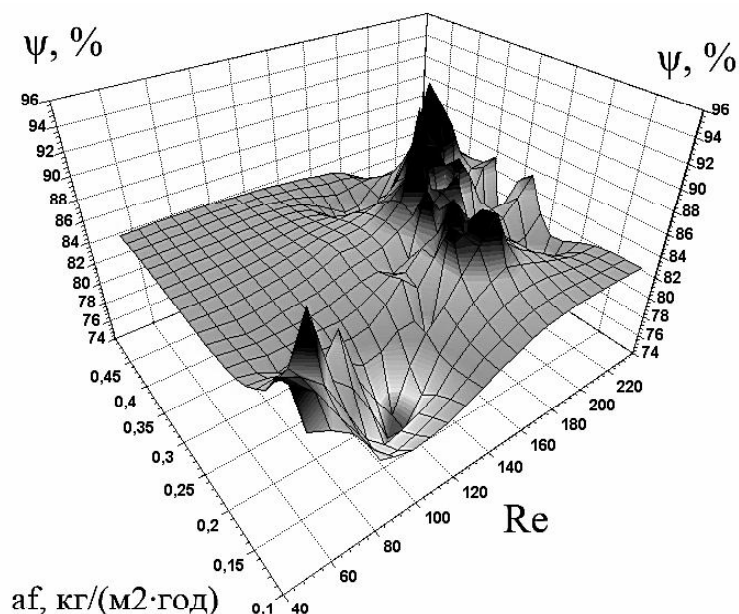
Рис. 2 – Залежність міцності азотно-кальцієво-гуміново-сірковмісних гранул

З узагальненої залежності коефіцієнта гранулоутворення ( $\psi$ , %) від критерію Рейнольдса у висхідному потоці ( $Re$ ) та від питомого навантаження за вологою ( $a_f$ ,  $\text{кг}/[\text{м}^2 \cdot \text{год}]$ ) на рис. 3 видно, що в широкому діапазоні значень  $Re$  від 40 до 220 та  $a_f$  від 0,1 до 0,45 спостерігається високі значення  $\psi$  більше 80%. Визначена зона технологічних параметрів, що забезпечують ефективну реалізацію процесу з інтенсивним тепло- та масообміном (значення  $Re$  від 160 до 200 та  $a_f$  від 0,3 до 0,4  $\text{кг}/[\text{м}^2 \cdot \text{год}]$ , при яких значення коефіцієнта гранулоутворення сягає 95 %).

При дослідженні процесу гранулоутворення азотно-кальцієво-сірковмісних добрив застосовувався робочий розчин сульфату амонію з виробництва ВАТ «Азот» м. Черкаси з вмістом органічних домішок ХПК 3000 ÷ 4000  $\text{мгO}_2/\text{дм}^3$ , до якого додавалось (у перерахунку на сухі речовини) до 25 % карбонату кальцію. Утворені тверді азотно-кальцієво-сірковмісні композити мали відповідно склад, %: N : Ca : S = (17..20) % : (5..10) % : (19..22) %.

На рис. 4 наведено динаміку зміни еквівалентного діаметра гранули азотно-кальцієво-сірковмісних добрив. В усіх зонах спостерігається зростання гранул при забезпеченні пошарової структури, наявність горизонтальної ділянки в III (6-8 година), IV (10-13 година) та V (15-16 година) зонах пояснюється введенням зовнішнього рециклу шляхом повернення до шару гранул менше 2 мм вивантажених з готовим

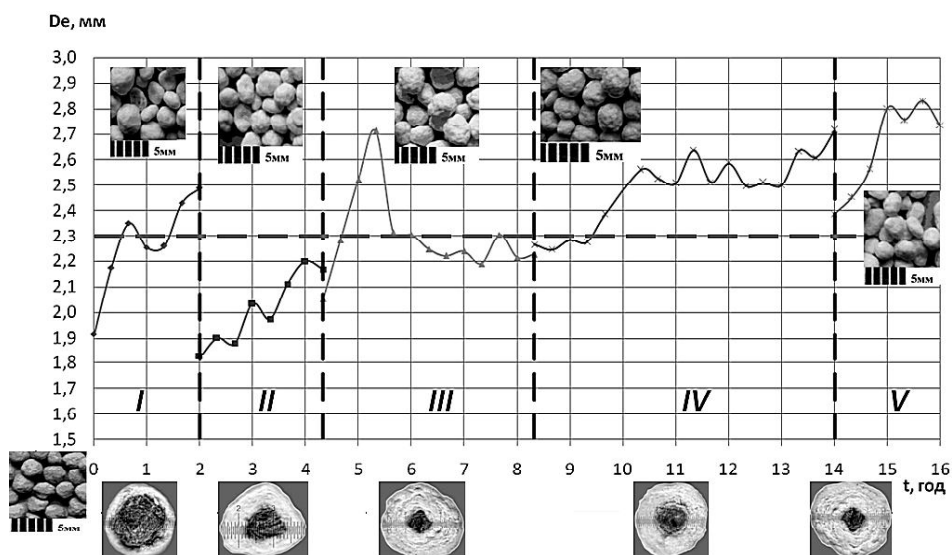
продуктом, для стабілізації дисперсного складу на рівні 2,3 мм, що визначається вимогами до дисперсного складу гранул.



**Рис. 3 – Узагальнена залежність  $\psi = f(Re, a_f)$  при гранулоутворенні азотно-кальцієво-гуміново-сірковмісних добрив**

Загальна тривалість експериментів становить 16 годин, складається з п'яти дослідів з різною тривалістю. Як і в попередніх дослідженнях, гранули мають виражену пошарову структуру (рис. 4), що забезпечується завдяки створенню вертикальної циркуляції. Збільшення коефіцієнту гранулоутворення до 93 % досягнуто завдяки застосуванню пристрою, що зменшує інерційний винос дрібних частинок.

Також дослідним шляхом було встановлено, що міцність гранул зростає від 5 до 12 Н на гранулу при збільшенні діаметра гранул від 1,2 мм до 4 мм, рис. 5.



**Рис. 4 – Динаміка зміни  $D_e$  в псевдозрідженому шарі**

З узагальноної залежності коефіцієнта гранулоутворення ( $\psi$ , %) від критерію Рейнольдса у висхідному потоці ( $Re$ ) та від питомого навантаження за вологою ( $a_f$ ,  $kg/[m^2 \cdot год]$ ) на рис. 6 видно, що так само як і в попередніх дослідженнях в діапазоні значень  $Re$  від 140 до 240 та  $a_f$  від 0,3 до 0,5 спостерігається високі значення  $\psi$  більше 90 %. Експериментально встановлено, що максимальне значення коефіцієнта гра-

нулоутворення  $\psi=95\%$  при корисній різниці температур  $\Delta t=100\text{ }^\circ\text{C}$  в інтервалі значень числа Рейнольдса  $160 \leq Re \leq 240$  та питомого навантаження за вологою  $0,3 \leq a_f \leq 0,5\text{ кг/м}^2\cdot\text{год}$ .

Р, Н на гранулу

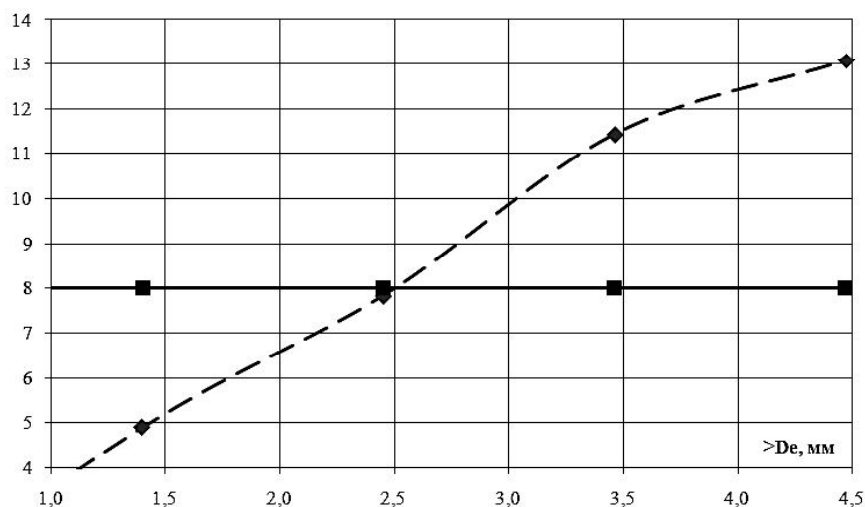


Рис. 5 – Залежність міцності азотно-кальцієво-сірковмісних добрив

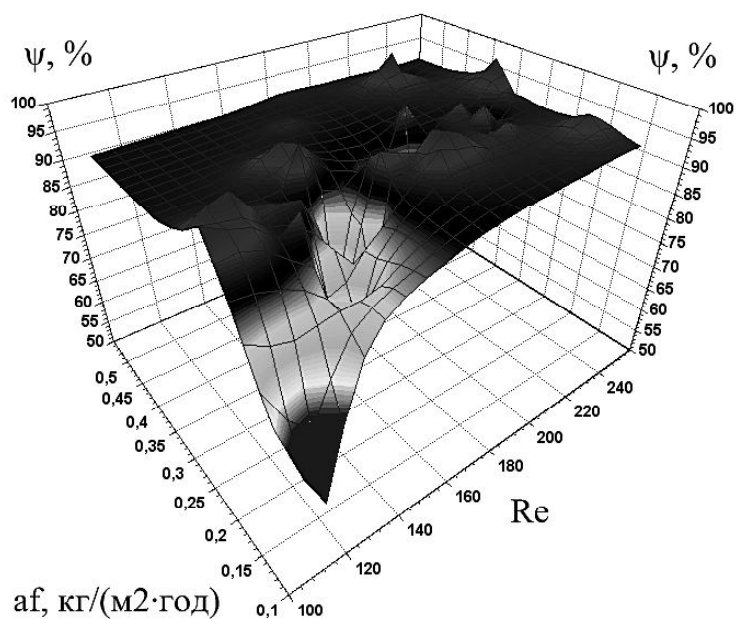


Рис. 6 – Узагальнена залежність  $\psi = f(Re, a_f)$  при гранулоутворенні азотно-кальцієво-сірковмісних добрив

### Висновки

Проведені експериментальні дослідження процесу гранулоутворення в апараті з псевдозрідженим шаром із застосуванням вертикальної направленої циркуляції показали можливість одержання гранульованих модифікованих азотно-кальцієво-гуміново-сірковмісних та азотно-кальцієво-сірковмісних добрив з пошаровою структурою при рівномірному розподіленні мікро- та макродішок по всьому об'єму з міцністю більше 10 Н на гранулу при застосуванні реальних розчинів сульфату амонію.

Визначені технологічні параметри стійкої кінетики гранулоутворення, що забезпечують досягнення значень коефіцієнта гранулоутворення  $\psi > 90\%$ .