

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **036825**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2020.12.24

(21) Номер заявки
201990967

(22) Дата подачи заявки
2017.10.27

(51) Int. Cl. **B01J 2/16** (2006.01)
C05C 1/02 (2006.01)
C05C 9/00 (2006.01)
C05G 3/00 (2006.01)

(54) **ГРАНУЛИРОВАНИЕ В ПСЕВДООЖИЖЕННОМ СЛОЕ**

(31) **16196033.1**

(32) **2016.10.27**

(33) **EP**

(43) **2019.09.30**

(86) **PCT/EP2017/077557**

(87) **WO 2018/078074 2018.05.03**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ЯРА ИНТЕРНЭШНЛ АСА (NO)

(72) Изобретатель:
**Воорханс Джаап (NL), Ванмарке Люк,
Кайаерт Андрэ (BE)**

(74) Представитель:
Гизатуллин Ш.Ф., Угрюмов В.М. (RU)

(56) **US-A1-2016115089**
WO-A1-02057005
DE-A1-10260740

(57) Способ и реактор с псевдоожигенным слоем для получения гранул, таких как гранулы карбамида или нитрата аммония. Реактор с псевдоожигенным слоем содержит по меньшей мере одну грануляционную камеру с впусками воздуха и вентиляторное устройство ниже по потоку относительно грануляционной камеры, например ниже по потоку относительно по меньшей мере одного скруббера. Вентиляторное устройство выполнено с возможностью втягивания воздуха по меньшей мере через один вышеупомянутый выпуск воздуха по меньшей мере в одну грануляционную камеру.

B1

036825

036825
B1

Область техники настоящего изобретения

Настоящее изобретение относится к реактору с псевдооживленным слоем, а также к способу получения гранул, таких как гранулы на основе карбамида или нитрата аммония, обычно используемые в качестве материала удобрений, с применением такого реактора с псевдооживленным слоем.

Уровень техники настоящего изобретения

Приведенное ниже обсуждение представлено лишь в качестве общей информации об уровне техники и не предназначено для применения в качестве средства определения объема заявленного предмета настоящего изобретения.

Для получения гранул из жидкого раствора или расплава, такого как водный или неводный раствор нитрата аммония или карбамида, вышеупомянутый раствор или расплав распыляют в грануляционную камеру, содержащую псевдооживленный слой твердых зародышей кристаллизации. Псевдооживленный слой получают в таком состоянии посредством введения псевдооживляющего газа, обычно представляющего собой воздух, через слой зародышей кристаллизации. Зародыши кристаллизации растут за счет отложения, т.е. затвердевания и кристаллизации на них распыляемой жидкости на основе карбамида, с образованием гранул, имеющих желательный средний размер, которые затем выводят из реактора с псевдооживленным слоем, также упоминаемого как грануляционный реактор или гранулятор, причем данные термины использованы взаимозаменяемым образом в настоящем патентном документе.

Воздух для псевдооживления обычно нагнетают в грануляционные камеры посредством воздуходувки. В следующей камере воздух очищают от тонкодисперсного твердого материала, например, с помощью скруббера, циклона или аналогичного сепаратора. Воздух обычно выводят из грануляционного реактора посредством вытяжного вентилятора.

Пример такого реактора для получения карбамидных гранул представляет патент США № 3533829 (Azote et Produits Chimiques S.A., 1970 г.), в котором раскрыт реактор с псевдооживленным слоем, в котором содержится по меньшей мере одна грануляционная камера по меньшей мере с одним впуском воздуха, а также присутствуют два вентиляторных устройства: (i) воздуходувка выше по потоку относительно псевдооживленного слоя, выполненная с возможностью нагнетания воздуха для псевдооживления по меньшей мере через один вышеупомянутый впуск воздуха в грануляционную камеру, и (ii) вытяжной вентилятор, расположенный ниже по потоку относительно грануляционной камеры, но не выполненный с возможностью втягивания воздуха по меньшей мере через один впуск воздуха в грануляционную камеру; вытяжной вентилятор служит лишь для выпуска воздуха, выходящего из системы.

Кроме того, в документе GB 2046121 (MTA Muszaki Kemiai, 1980 г.) раскрыт реактор с псевдооживленным слоем, в котором содержится по меньшей мере одна грануляционная камера по меньшей мере с одним впуском воздуха, а также присутствуют два вентиляторных устройства: (i) воздуходувка, расположенная выше по потоку относительно псевдооживленного слоя и выполненная с возможностью нагнетания воздуха для псевдооживления по меньшей мере через один вышеупомянутый впуск воздуха в грануляционную камеру, и (ii) вытяжной вентилятор, расположенный ниже по потоку относительно грануляционной камеры и выполненный с возможностью выпуска воздуха, выходящего из системы, но не выполненный с возможностью втягивания воздуха по меньшей мере через один впуск воздуха в грануляционную камеру; вытяжной вентилятор служит лишь для выпуска воздуха, выходящего из мокрого скруббера, который расположен после реактора с псевдооживленным слоем.

Получаемые гранулы обычно перемещают из грануляционной камеры в дополнительный холодильник, который может быть интегрирован с реактором с псевдооживленным слоем. В дополнительном холодильнике образуется дополнительная пыль. Таким образом, обычно воздух из дополнительного холодильника сначала также обрабатывают в скруббере перед тем, как выпустить в атмосферу.

Чтобы предотвратить утечку воздуха из реактора, в камере реактора с псевдооживленным слоем и/или дополнительном холодильнике создают небольшое понижение давления, составляющее, как правило, от приблизительно 0,1 до 10 мбар, предпочтительно приблизительно от 0,1 до 7 мбар, как раскрывают, например, патент США № 5779945 (DSMN.V., 1998 г.) и EP 2253374 A1 (Stamicarbon, 2010 г.).

Краткое раскрытие настоящего изобретения

Задача настоящего изобретения заключается в том, чтобы повысить технологическую эффективность при одновременном снижении энергопотребления.

Задачу настоящего изобретения решает реактор с псевдооживленным слоем, содержащий по меньшей мере одну грануляционную камеру по меньшей мере с одним впуском воздуха и по меньшей мере одно вентиляторное устройство, выполненное с возможностью перемещения воздуха по меньшей мере через один вышеупомянутый впуск воздуха по меньшей мере в одну вышеупомянутую грануляционную камеру, причем вышеупомянутый воздух перемещается, в основном, под действием по меньшей мере одного вышеупомянутого вентиляторного устройства ниже по потоку относительно вышеупомянутой грануляционной камеры. Для этой цели по меньшей мере одно из вентиляторных устройств ниже по потоку относительно по меньшей мере одной вышеупомянутой грануляционной камеры имеет полную мощность для создания по меньшей мере в одной грануляционной камере вакуума, превышающего полный перепад давления между впусками воздуха и расположенными ниже по потоку вентиляторными устройствами. Например, по меньшей мере одно из вентиляторных устройств может быть выполнено с

возможностью создания вакуума, составляющего по меньшей мере приблизительно 50 мбар, например, находящегося в диапазоне от приблизительно 50 до приблизительно 70 мбар.

Хотя известны системы с применением воздуходувок для нагнетания воздуха в грануляционную камеру, неожиданно было обнаружено, что реактор с псевдоожженным слоем, в который втягивает воздух расположенное ниже по потоку вентиляторное устройство (например, воздушный насос, вентилятор или воздуходувка), расходует значительно меньше энергии, поскольку теперь может быть сконструирован реактор с псевдоожженным слоем для меньшей температуры впускаемого воздуха для псевдоожжения.

Это является особенно полезным для получения продуктов на основе карбамида, поскольку реакция получения карбамида представляет собой экзотермический процесс, но признаки реактора с псевдоожженным слоем согласно настоящему изобретению и способа согласно настоящему изобретению являются в равной степени благоприятными для получения нитрата аммония. Тепло выделяется в течение кристаллизации жидкого карбамида, собирающегося на твердых зародышах кристаллизации. Воздух, используемый для псевдоожжения, отводит избыточное тепло из псевдоожженного слоя. Требуемое количество воздуха для псевдоожжения зависит от температуры воздуха, поступающего в грануляционную камеру. Чем теплее воздух для псевдоожжения, поступающий в грануляционную камеру, тем больше воздуха для псевдоожжения требуется для отвода избыточного тепла из грануляционной камеры. В результате этого необходимо очищать большее количество воздуха в скрубберах, и вытяжные вентиляторы расходуют больше энергии. Таким образом, температура воздуха для псевдоожжения не должна быть чрезмерно высокой. Если температура воздуха для псевдоожжения является низкой, требуется меньше воздуха для охлаждения псевдоожженного слоя. Однако приток воздуха для псевдоожжения не должен быть чрезмерно низким; в противном случае не будет достаточным псевдоожжение слоя зародышей кристаллизации. Следовательно, реактор с псевдоожженным слоем должен иметь такую конструкцию, чтобы, с одной стороны, количество воздуха для псевдоожжения было достаточным для достижения хорошего псевдоожжения и эффективного охлаждения псевдоожженного слоя, но, с другой стороны, должен быть сокращен до минимума расход энергии для очистки и выпуска отработанного воздуха. В качестве альтернативы воздух для псевдоожжения может быть охлажден посредством охлаждающего воздуха оборудования, но в таком варианте требуется дополнительная энергия для эксплуатации охлаждающего воздуха оборудования.

Воздух, используемый для псевдоожжения, может представлять собой, например, атмосферный воздух. Температура атмосферного воздуха может различаться в значительной степени. Таким образом, реактор с псевдоожженным слоем обычно сконструирован для применения воздуха, имеющего летние температуры. В известных реакторах с псевдоожженным слоем указанные температуры увеличены приблизительно на 5-9°C или даже больше вследствие тепла, производимого воздуходувками, поскольку указанные воздуходувки, которые нагнетают воздух для псевдоожжения в грануляционные камеры, также производят тепло. Как правило, производимое тепло зависит от эффективности используемой воздуходувки и от давления на выпуске воздуходувки. На практике производимое тепло является таким, что проходящий воздух нагревается выше температуры окружающей среды по меньшей мере на 5°C, обычно по меньшей мере на 9°C и иногда на 11°C или более.

В результате этого известные реакторы с псевдоожженным слоем предназначены для применения при относительно высоких температурах воздуха для псевдоожжения. Это приводит к повышению энергопотребления воздуходувок, скрубберов и вытяжных вентиляторов. Кроме того, зимой атмосферный воздух необходимо предварительно нагревать для достижения им относительно высокой температуры, для которой предназначен реактор.

В случае реактора с псевдоожженным слоем согласно настоящему изобретению не требуется использование никаких установленных выше по потоку вентиляторных устройств на впуске воздуха для псевдоожжения, но воздух втягивает в грануляционную камеру по меньшей мере одно вентиляторное устройство, расположенное ниже по потоку. Это означает, что воздух для псевдоожжения не нагревается посредством расположенной выше по потоку воздуходувки, и реактор может быть сконструирован для меньшей температуры впускаемого воздуха для псевдоожжения. Чем меньше воздуха необходимо расходовать для охлаждения псевдоожженного слоя, тем меньше воздуха требуется очищать и выпускать. Кроме того, зимой могут быть использованы меньшие температуры для предварительного нагревания.

В случае реактора с псевдоожженным слоем согласно настоящему изобретению применение одного или нескольких вентиляторных устройств ниже по потоку для втягивания воздуха в реактор автоматически обеспечивает пониженное давление в грануляционных камерах, в то время как в случае известных реакторов с псевдоожженным слоем автоматически создается повышенное давление, и требуется проведение дополнительных измерений для создания несколько пониженного давления в грануляционной камере. Пониженное давление приводит к улучшенному испарению в грануляционной камере.

Согласно одному варианту осуществления настоящего изобретения предложен реактор без какого-либо вентиляторного устройства, которое выполнено с возможностью перемещения воздуха по меньшей

мере через один вышеупомянутый выпуск воздуха в вышеупомянутую грануляционную камеру и расположено выше по потоку относительно грануляционной камеры.

Согласно одному варианту осуществления настоящего изобретения предложен реактор, содержащий по меньшей мере один дополнительный холодильник, причем по меньшей мере одно вентиляторное устройство расположено ниже по потоку относительно по меньшей мере одного дополнительного холодильника. В результате этого воздух, поступающий в дополнительный холодильник, не нагревается мотором вентиляторного устройства, и поэтому воздух уже приблизительно на 9-11°C холоднее, когда он поступает в дополнительный холодильник. Посредством исключения дополнительного нагревания воздуха для псевдооживления на 9-11°C мотором вентиляторного устройства холодильник можно эксплуатировать, например, при температуре атмосферного воздуха. Это означает существенное улучшение охлаждающей способности.

Согласно одному варианту осуществления реактор с псевдооживленным слоем содержит по меньшей мере один дополнительный холодильник, расположенный ниже по потоку относительно по меньшей мере одной грануляционной камеры. Один или несколько дополнительных холодильников обычно составляют часть реактора с псевдооживленным слоем и также имеют выпуск воздуха для псевдооживления. Согласно некоторым вариантам осуществления реактор с псевдооживленным слоем содержит по меньшей мере два дополнительных холодильника. Согласно некоторым вариантам осуществления реактор с псевдооживленным слоем содержит два или три дополнительных холодильника. По меньшей мере одно вентиляторное устройство, расположенное ниже по потоку относительно одного или нескольких дополнительных холодильников, может быть выполнено с возможностью втягивания воздуха для псевдооживления также в дополнительный холодильник, необязательно одновременно в дополнительный холодильник и грануляционную камеру.

Согласно одному варианту осуществления по меньшей мере один дополнительный холодильник интегрирован в реактор с псевдооживленным слоем как установка по меньшей мере из двух камер после грануляционных камер.

Согласно одному варианту осуществления по меньшей мере одна грануляционная камера и по меньшей мере один дополнительный холодильник разделены одним или несколькими коробами или каналами и не находятся в едином блоке.

Согласно другому варианту осуществления по меньшей мере одна грануляционная камера и по меньшей мере одна дополнительная холодильная камера интегрированы друг с другом в едином блоке и не разделены коробом или каналом. Согласно одному варианту осуществления все грануляционные камеры и дополнительные холодильники интегрированы друг с другом в едином блоке, в котором дополнительные холодильники расположены ниже по потоку относительно грануляционных камер. Указанные варианты осуществления предусматривают более компактную конструкцию и обеспечивают более эффективный перепад давления в интегрированных грануляционных камерах и дополнительных холодильниках по сравнению с отдельными блоками. Неожиданно и непредсказуемо оказалось, что может быть осуществлено достаточное и приемлемое охлаждение при объединении друг с другом одной или нескольких грануляционных камер и одного или нескольких дополнительных холодильников.

Согласно одному варианту осуществления грануляционная камера может представлять собой, например, фонтанирующий слой или псевдооживленный слой любого другого подходящего типа. Могут быть также использованы комбинации различных типов. Согласно некоторым вариантам осуществления реактор с псевдооживленным слоем содержит по меньшей мере две грануляционные камеры. Согласно некоторым вариантам осуществления реактор с псевдооживленным слоем содержит три или четыре грануляционные камеры.

Согласно одному варианту осуществления реактор с псевдооживленным слоем может содержать по меньшей мере один скруббер ниже по потоку относительно по меньшей мере одной грануляционной камеры. В таком случае по меньшей мере одно вентиляторное устройство, которое втягивает воздух для псевдооживления в грануляционную камеру, может быть расположено, например, ниже по потоку относительно по меньшей мере одного скруббера. Вентиляторное устройство может содержать, например, по меньшей мере один вытяжной вентилятор, в частности, на выпуске скруббера.

Согласно другому варианту осуществления реактор с псевдооживленным слоем может содержать по меньшей мере один скруббер ниже по потоку относительно по меньшей мере одного дополнительного холодильника. В таком случае по меньшей мере одно вентиляторное устройство, которое втягивает воздух для псевдооживления в грануляционную камеру, может быть расположено, например, ниже по потоку относительно по меньшей мере одного скруббера. Вентиляторное устройство может содержать, например, по меньшей мере один вытяжной вентилятор, в частности, на выпуске скруббера, в частности, для выпуска воздуха.

Единственный скруббер может быть использован для очистки воздуха по меньшей мере из одного дополнительного холодильника и воздуха по меньшей мере из одной грануляционной камеры. Присутствие единственного скруббера обеспечивает более компактную конструкцию и более эффективный перепад давления по сравнению с системой, содержащей множество скрубберов.

Преимущество применения интегрированного гранулятора и дополнительного холодильника заключается в том, что в этом случае может присутствовать только один вытяжной канал к единственному скрубберу. Когда существуют отдельные выходящие потоки из гранулятора по сравнению с дополнительным холодильником, то выпуск из гранулятора оказывается значительно более загрязненным пылью или другими твердыми частицами. Если бы два указанных выходящих потока затем были отдельно введены в один и тот же скруббер, то скруббер, как правило, не оказывался таким же эффективным в очистке двух различных выходящих потоков, содержащих твердые частицы в значительно различающихся количествах. Вместо этого может существовать единственный выходящий поток из дополнительного холодильника непосредственно в скруббер. Хотя по-прежнему требуется эффективное отделение всего количества твердых частиц, скруббер должен только очищать единственный выходящий поток с одной концентрацией твердых частиц. Это было бы также достигнуто в случае множества вытяжных каналов из дополнительного холодильника в скруббер, где каждый вытяжной канал имел бы одинаковую концентрацию твердых частиц, однако было бы менее эффективным, чем применение единственного вытяжного канала.

В качестве альтернативы первый скруббер, имеющий по меньшей мере одно расположенное ниже по потоку вентиляторное устройство, может быть использован для грануляционных камер, хотя для дополнительного холодильника можно использовать второй скруббер или множество скрубберов без какого-либо расположенного ниже по потоку вентиляторного устройства.

Перепад давления на скрубберах предпочтительно является низким. Для этой цели могут быть использованы скрубберы, содержащие вертикальные каплеуловители.

Особенно низкий перепад давления может быть получен посредством применения последовательного расположения первого каплеуловителя для крупных частиц (как правило, имеющего перепад давления, составляющий менее чем приблизительно 2 мбар) и второго каплеуловителя для мелких частиц, например, субмикронных частиц. Если воздух между каплеуловителями охлаждают, конденсация влаги увеличивает размеры частиц таким образом, что второй каплеуловитель может также относиться к типу низкого перепада давления. Подходящая конфигурация скрубберов раскрыта, например, в патентной заявке США № 2015/0217221 (Green Granulation Technology, 2015 г.), которая во всей своей полноте включена в настоящий документ посредством ссылки. Могут быть также использованы другие конфигурации со скрубберами или без них.

Настоящее изобретение также относится к способу получения гранул, таких как гранулы карбамида или нитрата аммония, с применением реактора с псевдооживленным слоем согласно настоящему изобретению, как описано выше.

Согласно одному варианту осуществления предложен способ получения гранул с применением реактора с псевдооживленным слоем, содержащего по меньшей мере одну грануляционную камеру, имеющую по меньшей мере один впуск воздуха и по меньшей мере одно вентиляторное устройство, выполненное с возможностью перемещения воздуха по меньшей мере через один вышеупомянутый впуск воздуха по меньшей мере в одну вышеупомянутую грануляционную камеру, причем этот воздух перемещается, в основном, под действием по меньшей мере одного вышеупомянутого вентиляторного устройства, расположенного ниже по потоку относительно вышеупомянутой грануляционной камеры, и при этом способ предусматривает втягивание воздуха по меньшей мере в одну грануляционную камеру по меньшей мере через один впуск воздуха с применением по меньшей мере одного вентиляторного устройства и псевдооживление слоя гранул вышеупомянутым втягиваемым воздухом.

Согласно одному варианту осуществления в способе отсутствует какая-либо стадия перемещения воздуха вентиляторным устройством, которое выполнено с возможностью перемещения воздуха по меньшей мере через один вышеупомянутый впуск воздуха в вышеупомянутую грануляционную камеру и которое расположено выше по потоку относительно грануляционной камеры.

Воздух для псевдооживления всасывают в грануляционную камеру расположенным ниже по потоку вентиляторным устройством, например, посредством создания вакуума, превышающего перепад давления между по меньшей мере одним впуском воздуха и по меньшей мере одним вентиляторным устройством. Понижение давления может составлять, например, по меньшей мере приблизительно 50 мбар и находиться, например, в диапазоне от приблизительно 50 до приблизительно 70 мбар.

Реактор с псевдооживленным слоем может быть выполнен, например, с такой возможностью, чтобы перепад давления между по меньшей мере одним впуском воздуха и выпуском воздуха составлял от 10 до 100 мбар, предпочтительно менее чем приблизительно 80 мбар. Перепад давления в грануляционной камере может составлять, например, от 10 до 60 мбар, предпочтительно менее чем приблизительно 50 мбар.

Температура воздуха для псевдооживления, поступающего в грануляционную камеру, может быть, например, ниже 114°C, например ниже 100°C, например ниже 90°C. Фонтанирующий слой можно эксплуатировать, например, при температуре на уровне или ниже 120°C.

Согласно одному варианту осуществления воздух, втягиваемый по меньшей мере в одну грануляционную камеру, не подогревают, в том числе преднамеренно с применением подогревающего оборудо-

вания, или в качестве побочного эффекта работы расположенного выше по потоку оборудования, такого как вентилятор.

Грануляционные камеры могут дополнительно содержать множество распылителей, присоединенных к источнику гранулирующей жидкости, такой как водный раствор карбамида. Распылители могут быть, например, выполнены с возможностью распыления жидкости по меньшей мере в одной зоне распыления камеры вблизи по меньшей мере одной зоны отсутствия распыления. Распылители могут представлять собой, например, атомизаторы или гидравлические распылители, такие как воздушные гидравлические распылители.

Когда раствор распыляют в грануляционную камеру, раствор может, например, иметь температуру существенно выше температуры кристаллизации. Если раствор представляет собой раствор на основе карбамида, раствор можно, например, распылять при температуре, составляющей по меньшей мере приблизительно 120°C, или по меньшей мере приблизительно 130°C, или по меньшей мере приблизительно 135°C.

Если раствор представляет собой раствор нитрата аммония, раствор можно, например, распылять при температуре, составляющей по меньшей мере приблизительно 160°C, или по меньшей мере приблизительно 170°C, или по меньшей мере приблизительно 180°C. Раствор можно, например, распылять при гидростатическом давлении от 1,5 до 6 бар, например от 2 до 4 бар, или при других подходящих давлениях. Распыляемые капли могут, например, иметь средний размер капли, составляющий приблизительно от 20 до 120 мкм, например приблизительно от 30 до 60 мкм.

Для гранулирования карбамида могут быть использованы высококонцентрированные растворы, например, с содержанием карбамида, составляющим по меньшей мере 90 мас.%, например по меньшей мере 95 мас.% по отношению к полной массе раствора карбамида.

Содержание воды в растворе карбамида обычно является низким, составляя, например, менее чем 5 мас.%, например менее чем 3 мас.% по отношению к полной массе раствора карбамида. Если содержание воды составляет менее чем 2,5 мас.%, раствор часто называют расплавом карбамида.

Раствор карбамида может дополнительно содержать добавки, такие как, например, формальдегид и/или продукты конденсации карбамида и формальдегида в качестве гранулирующей добавки для замедления кристаллизации карбамида и в качестве антикомкователя, предотвращающего агломерацию образующихся гранул. Если например, формальдегид в количестве от 0,1 до 3 мас.% по отношению к полной массе раствора карбамида добавляют в водный раствор карбамида, атомизированные жидкие капли лучше прикрепляются к карбамидным зародышам кристаллизации. Могут быть также использованы другие подходящие добавки.

Для гранулирования нитрата аммония в качестве подходящих добавок могут быть использованы $Mg(NO_3)_2$ и сульфат алюминия, например, с NaOH.

Зародыши кристаллизации могут быть введены в реактор с псевдооживленным слоем по меньшей мере через один впуск на стороне впуска реактора с псевдооживленным слоем. Зародыши кристаллизации могут быть введены в непрерывном режиме или в периодическом режиме для обработки каждой партии.

Перед введением в процесс гранулирования зародыши кристаллизации могут иметь любой подходящий средний размер частиц, приблизительно составляющий, как правило, по меньшей мере 0,2 мм или по меньшей мере 0,5 мм, обычно не более чем 6 мм.

Зародыши кристаллизации могут иметь любой подходящий состав. Как правило, они содержат, главным образом, такой же материал, как кристаллизуемая гранулирующая жидкость, в частности, кристаллизуемый карбамид, но также является возможным применение зародышей кристаллизации, имеющих иной состав, чем кристаллизуемая гранулирующая жидкость.

Для гранулирования карбамида скорость потока воздуха для псевдооживления в псевдооживленном слое может составлять, например, приблизительно от 1 до 8 м/с, например по меньшей мере приблизительно 2 и/или не более чем приблизительно 3 или 4 м/с. Для гранулирования нитрата аммония скорость потока воздуха для псевдооживления в псевдооживленном слое может составлять, например, приблизительно от 1 до 8 м/с, например по меньшей мере приблизительно 2 и/или не более чем приблизительно 3,5 или 4,5 м/с.

Для гранулирования карбамида температура в грануляционных камерах реактора с псевдооживленным слоем может составлять, например, от 90 до 120°C, например от 100 до 106°C. Для гранулирования нитрата аммония температура в грануляционных камерах реактора с псевдооживленным слоем может составлять, например, от 110 до 140°C, например от 125 до 130°C. Как правило, температура в первой камере будет ниже вследствие обратного потока возвращаемого материала. Это можно компенсировать посредством применения более высокой плотности распылителей в первой камере.

Для уменьшения перепада давления в слое гранулирования слой гранулирования может, например, иметь уровень слоя, составляющий 1,5 м или менее, например приблизительно 1 м или менее. Снижение уровня слоя может уменьшать циркуляцию гранул в псевдооживленном слое. Подходящий способ уменьшения уровня слоя при сохранении требуемой циркуляции гранул представляет собой применение

реактора с псевдооживленным слоем, содержащего по меньшей мере одну камеру с полом с отверстиями для впуска воздуха и множеством распылителей для распыления гранулирующей жидкости, причем распылители выполнены с возможностью распыления жидкости в зонах распыления вблизи не имеющих распыления зон псевдооживленного слоя. Чередующееся расположение зон с распылением и без распыления интенсифицирует требуемую циркуляцию гранул и увеличивает продолжительность пребывания. Примеры таких реакторов с псевдооживленным слоем раскрыты в документе US 2015/0217248 (Green Granulation Technology, 2015 г.), который во всей своей полноте включен в настоящий документ посредством ссылки.

Обработанные гранулы обычно удаляют по меньшей мере через один выпуск реактора с псевдооживленным слоем в непрерывном или периодическом режиме. Обработанные гранулы, как правило, имеют средний размер частиц, составляющий приблизительно от 2 до 4 мм, но этот размер может быть уменьшен или увеличен по мере необходимости.

Содержание воды в гранулах можно поддерживать на уровне значительно ниже 0,3 мас.%, например ниже 0,25 мас.% по отношению к полной массе гранул.

Гранулы с размером частиц ниже и/или выше заданных предельных размеров или агломераты могут быть отделены от выходящего потока, например, посредством просеивания. Крупные частицы и/или агломераты могут быть необязательно измельчены и возвращены в реактор с псевдооживленным слоем, например, вместе с гранулами, у которых размер частиц считается чрезмерно малым, и/или с материалом, отделенным от воздуха, выпускаемого из реактора с псевдооживленным слоем.

Реактор с псевдооживленным слоем может иметь по меньшей мере одну грануляционную камеру в последовательной и/или параллельной конфигурации. Согласно конкретному варианту осуществления реактор с псевдооживленным слоем имеет по меньшей мере две, например, три или более последовательно расположенных камеры.

Впуски воздуха для псевдооживления могут, например, представлять собой впуски в полах грануляционных камер. Для этой цели пол может представлять собой, например, решетку над источником воздуха.

Реактор с псевдооживленным слоем может необязательно содержать дополнительный холодильник, такой как холодильник с псевдооживленным слоем, принимающий гранулы, выпускаемые из камер реактора с псевдооживленным слоем. Дополнительный холодильник может быть использован, например, для охлаждения гранул до температуры, составляющей приблизительно 40°C.

Способ согласно настоящему изобретению является подходящим для получения гранул, применяемых в сельском хозяйстве и других отраслях, в частности для получения удобрений, таких как удобрения, содержащие азот и фосфор, азот, фосфор и калий, нитрат кальция и нитрат аммония, а также для получения технических нитратов (взрывчатых веществ и т.д.).

Способ согласно настоящему изобретению является подходящим для получения гранул на основе нитрата аммония, таких как гранулы нитрата аммония и нитрата кальция. Все ссылки на нитрат аммония в настоящем документе можно рассматривать как относящиеся в равной степени к частицам на основе нитрата аммония, если контекст четко не определяет, что рассматривается только нитрат аммония.

Способ согласно настоящему изобретению является особенно подходящим для получения гранул на основе карбамида, таких как гранулы, содержащих карбамид, смесь карбамида и нитрата аммония, смесь карбамида и сульфата аммония и карбамид, легированный элементарной серой. Все ссылки на карбамид в настоящем документе можно рассматривать как относящиеся в равной степени к частицам на основе карбамида, рассматривать как относящиеся в равной степени к частицам на основе нитрата аммония, если контекст четко не определяет, что рассматривается только карбамид.

Примерный вариант осуществления реактора с псевдооживленным слоем согласно настоящему изобретению будет разъяснен со ссылкой на сопровождающие фигуры.

Краткое описание фигур

На фиг. 1 представлена примерная конфигурация реактора с псевдооживленным слоем согласно настоящему изобретению. Эта система реализована компанией Yara International ASA на полупромышленной опытной установке (ППОУ) в городе Слуйскиль (Нидерланды).

На фиг. 2 представлены графики давления для конфигурации реактора с псевдооживленным слоем с двумя вентиляторами в различных режимах эксплуатации.

Подробное раскрытие иллюстративного варианта осуществления

На фиг. 1 представлен примерный вариант осуществления реактора 1 с псевдооживленным слоем для получения гранул карбамида или гранул нитрата аммония. Реактор 1 с псевдооживленным слоем, который представлен на фиг. 1, содержит три грануляционные камеры 2, 3, 4 для гранулирования и две дополнительные холодильные камеры 5, 6 для последующего охлаждения и высушивания гранул.

Первая грануляционная камера 2 реактора 1 с псевдооживленным слоем содержит впуск 7 для введения зародышей кристаллизации. Напротив впуска 7 находится первый канал 8, ведущий во вторую камеру 3. Вторая камера 3 содержит второй канал 9, противоположный первому каналу 8 и ведущий в третью камеру 4. Третья камера 4 содержит выпуск 10, противоположный второму каналу 9. В результате этого зародыши кристаллизации могут перетекать из впуска 7 в выпуск 10 в прямом режиме.

Реактор 1 с псевдооживленным слоем содержит решетчатый пол 12, который поддерживает слой 13 зародышей кристаллизации и который обеспечивает пропускание атмосферного воздуха для псевдооживления, который поступает из пространства 14 под решетчатым полом 12. Впуски воздуха могут быть расположены, например, на боковой стенке пространства 14 под решетчатым полом 12 и/или в нижней части указанного пространства 14. В том случае, если атмосферный воздух является относительно холодным, например, в зимнее время, воздух можно предварительно нагревать, используя нагреватели 15, расположенные внутри или выше по потоку относительно пространства 14. Нагретый воздух обеспечивает псевдооживление слоя 13 зародышей кристаллизации.

Пространство 14 под решетчатым полом 12 разделено на камеры 17, 18, 19, соответствующие камерам 2, 3, 4 над решетчатым полом 12. В каждой из камер 2, 3, 4 решетчатый пол 12 реактора с псевдооживленным слоем 1 содержит батареи воздушных распылителей 21, выступающих над решетчатым полом 12. Распылители 22 принимают поток (F1) жидкого продукта (например, карбамида или нитрата аммония) и поток (F2) сжатого воздуха и распыляют водный раствор карбамида или нитрата аммония в псевдооживленный слой 13. В грануляционных камерах 2, 3, 4 вода из распыленного раствора карбамида или нитрата аммония испаряется, и карбамид кристаллизуется на зародышах кристаллизации, которые растут с образованием гранул.

Дополнительный холодильник интегрирован в реактор с псевдооживленным слоем и представляет собой холодильник с псевдооживленным слоем, имеющий решетчатый пол 12', который поддерживает слой 13' свежеполученных гранул, и пространство 20, 21 под решетчатым полом, которому соответствуют камеры 5 и 6 над решетчатым полом 12, также имеющее нагреватель 23, который подает воздух для псевдооживления и высушивания слоя 13'.

Дополнительный холодильник оборудован выпуском 24 для извлечения высушенных и охлажденных гранул. Затем (не проиллюстрировано) гранулы, имеющие недостаточные и чрезмерные размеры, отделяют от гранул желательного размера, которые направляют на хранение. Гранулы чрезмерного размера можно измельчать, получая мелкие частицы, которые могут быть возвращены вместе с частицами недостаточного размера.

Воздух и увлеченные воздухом частицы пыли выпускают из грануляционных камер 2, 3, 4 и дополнительных холодильных камер 5 и 6 через один или несколько воздухопроводов 25 по меньшей мере в один скруббер 28. На схематическом изображении фиг. 1 представлен единственный скруббер. Отдельные скрубберы могут быть использованы для обработки воздуха из грануляционных камер и воздуха из холодильника соответственно. Скруббер может представлять собой мокрый скруббер.

В скруббере 28 воздух очищают. Отделенные частицы пыли могут быть возвращены в грануляционные камеры 2, 3, 4 через один или несколько каналов 27. Чистый воздух выходит из скруббера 28 через выпускной канал 29, содержащий вытяжной вентилятор 30.

Вытяжной вентилятор 30 создает перепад давления, составляющий приблизительно от 10 до 100 мбар, например приблизительно 75 мбар, по всему пути потока от решетчатого пола 12, 12' до вытяжного вентилятора 30. В результате этого воздух для псевдооживления всасывается в грануляционные камеры 2, 3, 4 через решетчатые полы 12 и 12'. Никакие дополнительные воздуходувки не предусмотрены. На фиг. 2 представлено отличие от известных систем. На фиг. 2 представлены графики давления в системе, в которой действует расположенный ниже по потоку вентилятор (C), действует расположенный выше по потоку вентилятор (A) или одновременно действуют расположенный по потоку вентилятор и расположенный ниже по потоку вентилятор (B), таким образом, что в реакторе с псевдооживленным слоем создается небольшое понижение давления (от 0,1 до 10 мбар), как раскрыто в патенте США № US 5779945 (DSMN.V., 1998) и в EP 2253374 A1 (Stamicarbon, 2010 г.). Очевидно, что в конфигурации согласно настоящему изобретению в реакторе с псевдооживленным слоем создается большее понижение давления, составляющее, как правило, от 10 до 60 мбар.

Пример

Конфигурацию реактора с псевдооживленным слоем согласно настоящему изобретению с тремя грануляционными камерами и интегрированным дополнительным холодильником использовали для непрерывного получения гранул нитрата аммония (см. фиг. 1). Параметры эксперимента кратко представлены ниже в табл. 1 и 2. Это типичные эксплуатационные параметры реактора с псевдооживленным слоем согласно настоящему изобретению.

Таблица 1

Средний материальный баланс

	Единицы	Начало	Через 7 часов	Через 13,5 часов
Выходящий поток из гранулятора	кг/ч	11775	11385	11221
Готовый продукт после просеивания	кг/ч	7660	7520	7380
Тонкозернистые частицы после просеивания (возвращают в гранулятор)	кг/ч	2782	2388	2784

Крупнозернистые частицы после просеивания (подвергают измельчению)	кг/ч	1308	1452	1032
Продукт после измельчения	кг/ч	1308	1452	1032
Пыль на выпуске гранулятора	кг/ч	н. и.	н. и.	Н. и.
Пыль после вентилятора	кг/ч	н. и.	н. и.	Н. и.
Агломераты	кг/ч	25	25	25

н. и. - нет измерений.

Таблица 2

Технологические параметры

Раствор нитрата аммония			
	Температура	178	°С
	Концентрация	97,6	%
	Скорость потока	5,5	м ³ /ч
	Предварительное давление	2,0	а.и.д. ¹
	На распылитель камеры 1 Число распылителей: 4	приблизительно 0,561	м ³ /ч
	На распылитель камеры 2 Число распылителей: 5	приблизительно 0,360	м ³ /ч
	На распылитель камеры 3 Число распылителей: 5	приблизительно 0,291	м ³ /ч
Воздух для распыления			
	Температура	142	°С
	Давление	0,52	а.и.д.
	Скорость потока	приблизительно 1800	Нм ³ /ч
	На распылитель камеры 1 Число распылителей: 4	приблизительно 130	Нм ³ /ч
	На распылитель камеры 2 Число распылителей: 5	приблизительно 130	Нм ³ /ч
	На распылитель камеры 3 Число распылителей: 5	приблизительно 130	Нм ³ /ч
Воздух для псевдооживления			

	Температура (°C)	Скорость потока (Нм ³ /ч)	Скорость (Нм/с)
Камера 1	78	2471	2,02
Камера 2	81	2359	1,93
Камера 3	79	2836	2,92
Камера 4	20	2235	
Камера 5	18	2299	
Всасывание	113	приблизительно 14000	
Псевдооживленный слой			
	Высота	685	мм. вод. ст. ²
	Температура камеры 1	127	°C
	Температура камеры 2	127	°C
	Температура камеры 3	130	°C
	Температура камеры 4	н. и.	°C
	Температура камеры 5	119	°C
	Температура после гранулятора	119	°C
Пространство расширения (пространство сверх грануляционных камер)			
	Температура камеры 1	127	°C
	Температура камеры 2	130	°C
	Температура камеры 3	127	°C
	Температура камер 4 и 5	н. и.	°C
	Температура в верхней части гранулятора	113	°C

¹ - число атмосфер избыточного давления по отношению к стандартному атмосферному давлению;

ⁿ а.и.д.= $n+1$ атм. (абсолютное давление) $\approx n+1$ бар;

² - число миллиметров водяного столба; 1 мм вод. ст.=0,0981 мбар $\approx 0,1$ мбар.

Оговорки.

Хотя предмет настоящего изобретения описан в специфической терминологии для структурных признаков и/или методологических действий, следует понимать, что предмет настоящего изобретения, который определен в прилагаемой формуле изобретения, не должен быть обязательно ограничен конкретными признаками или действиями, описанными выше, причем этого мнения придерживаются суды. Напротив, конкретные признаки и действия, описанные выше, представлены в качестве примерных форм осуществления формулы изобретения. Заявленный предмет настоящего изобретения не ограничен вариантами осуществления, которые преодолевают любые или все недостатки, отмеченные на предшествующем уровне техники.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Реактор с псевдооживленным слоем, содержащий:

- a) по меньшей мере одну грануляционную камеру с одним или несколькими впусками воздуха;
- b) по меньшей мере одну дополнительную холодильную камеру, расположенную ниже по потоку по меньшей мере одной грануляционной камеры, где по меньшей мере одна дополнительная холодильная камера и по меньшей мере одна грануляционная камера интегрированы друг с другом в едином блоке, не разделенном коробом или каналом;
- c) единственный скруббер ниже по потоку относительно грануляционной камеры;
- d) единственный вытяжной канал, выполненный с возможностью создания единственного выходящего потока по меньшей мере из одной дополнительной холодильной камеры непосредственно в скруббер;
- e) по меньшей мере одно вентиляторное устройство ниже по потоку относительно скруббера; причем грануляционная камера выполнена с возможностью втягивания воздуха через один или несколько вышеупомянутых впусков воздуха в грануляционную камеру; и

при этом по меньшей мере одно вентиляторное устройство имеет достаточную мощность для создания вакуума, превышающего полный перепад давления между впусками воздуха и вентиляторным устройством.

2. Реактор с псевдоожиженным слоем по п.1, в котором вентиляторное устройство содержит один или несколько вытяжных вентиляторов для выпуска воздуха.

3. Реактор с псевдоожиженным слоем по п.1 или 2, в котором реактор с псевдоожиженным слоем содержит три грануляционные камеры.

4. Реактор с псевдоожиженным слоем по любому из пп.1-3, в котором реактор с псевдоожиженным слоем содержит две дополнительные холодильные камеры.

5. Способ получения гранул на основе карбамида или на основе нитрата аммония с применением реактора с псевдоожиженным слоем по любому из пп.1-4, причем способ предусматривает: втягивание воздуха по меньшей мере в одну грануляционную камеру через один или несколько впусков воздуха с применением по меньшей мере одного вентиляторного устройства; псевдоожижение слоя гранул воздухом, втянутым в грануляционную камеру; распыление гранул гранулирующей жидкостью; перенос распыленных гранул в дополнительный холодильник; охлаждение распыленных гранул.

6. Способ по п.5, в котором втягивание воздуха по меньшей мере в одну грануляционную камеру предусматривает создание перепада давления между одним или несколькими впусками воздуха и выпуском воздуха ниже 800 мм вод. ст.; предпочтительно в котором перепад давления является ниже 750 мм вод. ст.

7. Способ по п.5 или 6, в котором способ дополнительно содержит: очистку воздуха в скруббере с отделением частиц пыли от очищаемого воздуха; и возвращение частиц пыли по меньшей мере в одну грануляционную камеру через один или несколько каналов.

8. Способ по любому из пп.5-7, в котором перепад давления в грануляционной камере составляет не более чем 500 мм вод. ст.

9. Способ по любому из пп.5-8, в котором втягивание воздуха по меньшей мере в одну грануляционную камеру предусматривает создание перепада давления между по меньшей мере одним впуском воздуха и выпуском воздуха от 10 до 100 мбар, предпочтительно менее чем приблизительно 80 мбар.

10. Способ по п.9, в котором перепад давления составляет от 10 до 80 мбар, предпочтительно менее чем приблизительно 75 мбар.

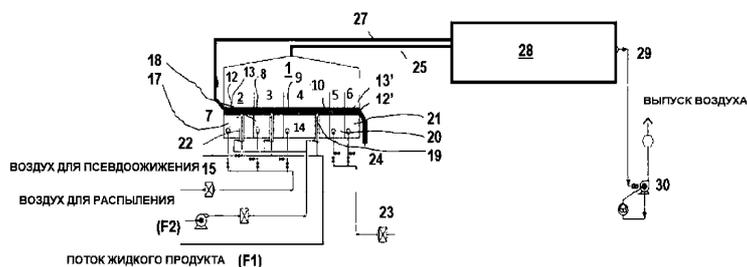
11. Способ по любому из пп.5-10, в котором втягивание воздуха по меньшей мере в одну грануляционную камеру предусматривает создание перепада давления в грануляционной камере от 10 до 60 мбар, предпочтительно менее чем приблизительно 50 мбар.

12. Способ по любому из пп.5-11, в котором слой гранул содержит гранулы на основе карбамида.

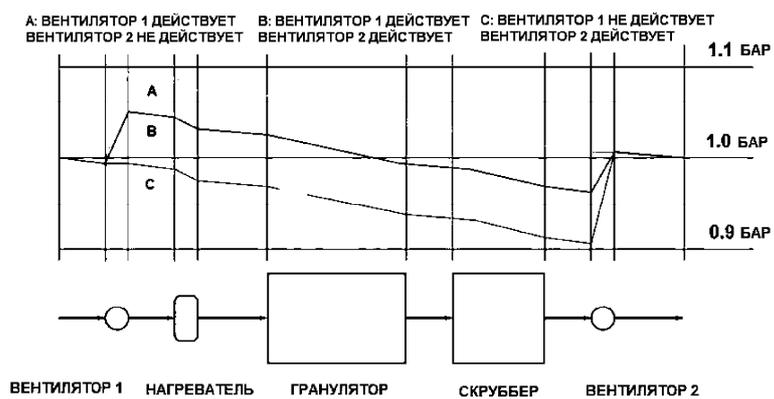
13. Способ по любому из пп.5-12, в котором гранулы на основе карбамида выбирают из списка, состоящего из карбамида, смеси карбамида и нитрата аммония, смеси карбамида и сульфата аммония и карбамида, легированного элементарной серой.

14. Способ по любому из пп.5-11, в котором слой гранул содержит гранулы на основе нитрата аммония.

15. Способ по п.14, в котором гранулы на основе нитрата аммония выбирают из списка, состоящего из нитрата аммония и нитрата кальция.



Фиг. 1



Фиг. 2



Евразийская патентная организация, ЕАПВ

Россия, 109012, Москва, Малый Черкасский пер., 2