

9. *Бабенко В.В., Канарский М.В., Коробов В. И.* Пограничный слой на эластичных пластинах. – К. : Наук. думка, 1993. – 264 с.
10. *Пилипенко В.Н.* Влияние добавок на пристенные турбулентные течения. Итоги науки и техники // *Механика жидкости и газа.* – М.:ВИНИТИ АН СССР, 1980. – 15. – С. 156–257.
11. *А.С. 483538 СССР*, Кл. F 15D 1/12. Демпфирующее покрытие/ В.В. Бабенко, Л.Ф. Козлов, В.И. Коробов. – Оpubл. 05.09.75, Бюл. № 33.
12. *Коробов В.И.* О совместном влиянии податливой поверхности и полимерных добавок на интегральные характеристики пограничного слоя // *Тр. III республик. конф. “Проблемы гидромеханики в освоении океана”.* – К.: ИГМ АН УССР, – 1984. – С. 243.
13. *Влияние скорости потока при совместном действии податливой поверхности и полимерных добавок на турбулентное трение / В.М. Кулик, И.С. Погуда, Б.Н. Семенов, Т.И. Юшманова // Изв. СО АН СССР.* – 1987. – 4, № 15– С. 42–46.
14. *Коробов В. И.* Совместное влияние податливости поверхности и полимерных добавок на пограничный слой // *Бионика.* – 1993. – 26. – С. 27–31.

Стаття надійшла до редакції 06.07.01.

УДК 66.047

УДК А 114.408.2

Я.М. Корнієнко

ОСОБЛИВОСТІ ПРОЦЕСУ ГРАНУЛОУТВОРЕННЯ ОРГАНОМІНЕРАЛЬНИХ ДОБРИВ У ПСЕВДОЗРІДЖЕНОМУ ШАРІ

Наведено результати дослідження процесу зневоднення гетерогенних систем, що містять мінеральні та органічні речовини. Визначено умови проведення стійкого безперервного процесу гранулоутворення та ступінь впливу технологічних параметрів на дисперсний склад псевдозрідженого шару.

Зневоднення гетерогенних систем, розподілених на поверхні твердих частинок, які приводяться у псевдозріджений стан нагрітим теплоносієм, відбувається за рахунок інтенсивного випарювання розчинника, що призводить до кристалізації твердих речовин.

Утворений мікрокристалічний шар має рівномірний розподіл компонентів. Механізм процесу масової кристалізації [1] полягає в тому, що на поверхні твердих частинок рідка фаза розподіляється й утримується сорбційними силами. Внаслідок інтенсивного випаровування розчинника утворюється дисперсна структура дрібнокристалічних солей з розвинутою поверхнею і чисельними активними центрами адсорбції та адгезії. Кристалізація розчину проходить в умовах, далеких від рівноважних, що зумовлює високу швидкість цього процесу і тому велику кількість дефектів кристалічної ґрати. Це, в свою чергу, сприяє співосажденню домішок, які змінюють хімічну активність твердої фази.

Сторонні домішки органічного та мінерального походження прискорюють ріст кристалів, призводять до зміни їхньої форми, змінюють кількість та міцність фазових контактів [1]. У результаті цього гранули, отримані із застосуванням техніки псевдозрідження, набули шароватисту пористу структуру, завдяки чому відбувається рівномірне розподілення різних компонентів по всьому об'єму твердих частинок. Саме ця особливість масової кристалізації була покладена авторами [2] в основу методу одержання комплексних гранульованих органічно-мінеральних добрив при зневодненні і грануляції гомо- і гетерогенних систем із застосуванням техніки псевдозрідження.

На основі попередніх експериментальних досліджень визначені умови проведення процесу зневоднення розчинів сульфату амонію з одержанням гранульованого продукту за рахунок кристалізації робочого розчину на поверхні твердих частинок. Гранульований продукт містив 90% за масою частинок розміром 1,2 – 4,5 мм при механічній міцності до 27 Н на гранулу.

Наведена на рис. 1 електронна фотографія сколу гранули, яка збільшена в 1600 разів, свідчить про наявність пористої структури самого тіла гранули. Це сприяє тому, що рідка фаза рівномірно розподіляється і утримується адгезійно-сорбційними силами як на зовнішній поверхні частинок, так і на внутрішній – утвореній великими порами. Канали, утворені за рахунок злиття великих пор, забезпечують активне виведення парів розчинника. Це зумовлює формування каркасу гранули в цілому як твердого тіла.

Збільшення окремого фрагмента цього каркасу в 3000 разів (рис. 2) показує, що сам каркас гранули також має пористу структуру з відокремленими включеннями відмінних за хімічним складом компонентами. Тобто в тілі гранули існують пори двох типорозмірів – пори в тілі гранули і пори в її каркасі.

Таким чином, у випадку зневоднення і грануляції композитивних розчинів, які містять мінеральні речовини та органічні домішки внаслідок масової кристалізації, тверда фаза формується у вигляді пористої структури, утвореної з мікрочастинок органічної речовини, з'єднаних між собою силами адгезії та сорбції. Тобто така організація процесу зневоднення забезпечує повну ідентичність хімічного складу новоутворених гранул і гетерогенних рідких систем. Тому виникає необхідність дослідження кінетичних характеристик процесу зневоднення композитивних гетерогенних систем з одержанням гранульованого продукту при застосуванні техніки псевдозрідження.

Дослідження кінетичних характеристик безперервного процесу зневоднення гетерогенних систем з підвищеним вмістом гумінових речовин з отриманням готового продукту у вигляді сфероподібних частинок діаметром 1,2 – 2,5 мм та визначення умов стабілізації дисперсного складу псевдозрідженого шару проводилися з використанням рідкої гетерогенної системи, яка містила 40%-ний водний розчин сульфату амонію і 0,7% гумінових речовин по відношенню до сухих речовин.

Як початкові центри кристалізації використовувалися кристали сульфату амонію з розмірами частинок 0,7 – 1 мм. Рідка фаза диспергувалася спеціальним пристроєм у вигляді крапель розміром 120 – 300 мкм в середину псевдозрідженого шару. Маса шару підтримувалася в заданих межах шляхом вивантаження її частини з апарата і контролювалася через гідравлічний опір псевдозрідженого шару.

Процес зневоднення гетерогенної системи проводився в умовах, які забезпечують утворення гранульованого продукту в двох режимах.

У першому – перехідному – відбувалося збільшення розміру гранул до еквівалентного діаметра 2 – 3 мм за рахунок пошарової багатократної масової кристалізації рідкої фази на поверхні кристалів сульфату амонію. Це призводить до монотонного рівномірного збільшення розмірів твердих частинок і переміщення кожної з них в сторону більших за розміром фракцій. Внаслідок цього хімічний склад новоутвореного шару матеріалу на частинках з мікропористою структурою відповідає хімічному складу рідкої фази, яка надходить до апарата.

У другому – стаціонарному – одночасно з масовою кристалізацією рідкої фази на поверхні частинок здійснювалася стабілізація дисперсного складу частинок у псевдозрідженому шарі за рахунок подрібнення частини гранул великих фракцій або введення нових центрів іззовні.

Для практичної реалізації процесу більш доцільним є внутрішній рецикл, який здійснюється за рахунок подрібнення частини великих гранул при відповідних умовах ведення процесу. Тому визначення цих умов є одним із основних завдань експериментальних досліджень.

До визначальних технологічних параметрів процесу гранулоутворення при зневодненні гетерогенних систем на основі розчинів сульфату амонію за безрецикловою схемою відноситься температура псевдозрідженого шару. Тому дослідним шляхом визначався ступінь впливу цього параметра на кінетику безперервного процесу гранулоутворення та інтенсивність подрібнення частини великих гранул достатньої для забезпечення необхідної потужності внутрішнього джерела нових центрів грануляції.

Динаміка залежності $D_e = f(\tau)$ має екстремум протягом 44 год тривалості дослідів (рис. 3). Так, початкове значення $D_e = 2,8$ мм визначається тим, що початковий дисперсний склад псевдозрідженого шару містив до 60% частинок розміром +3 мм і більше 10% частинок розміром +3,5 мм (рис. 4). Впродовж перших 6 год досліді спостерігалось зменшення масових відсотків фракцій +3, +2 і +1,2 мм з одночасним збільшенням масового відсотка фракції +3,5 мм. Такий характер зміни дисперсного складу свідчить про відсутність подрібнення гранул фракцій +3 і +3,5 мм і утворення нових центрів грануляції.

З метою ініціалізації процесу подрібнення гранул великих фракцій в цьому інтервалі часу проводилася синусоподібна зміна температури теплоносія у псевдозрідженому шарі в межах 93–97 °С (рис. 5) при відносно стабільному значенні гідравлічного опору псевдозрідженого шару в межах $\Delta P_{ш} = (2000 \pm 10)$ Па (рис. 6), але це не змінило дисперсного складу частинок у псевдозрідженому шарі. Навпаки спостерігається інтенсивне зростання D_e , що зумовило зменшення загальної поверхні псевдозрідженого шару з 15 до 10 м² (рис. 7) і призвело до збільшення питомого зростання за вологою від 0,2 до 0,35 кг/(м²·год) (рис. 8). Це спричинило зменшення виходу гранульованого продукту до 50% (рис. 9).

Такий характер кінетики процесу пояснюється тим, що зі збільшенням масового відсотка фракції +3,5 мм збільшується еквівалентний діаметр частинок у псевдозрідженому шарі і для забезпечення активного гідродинамічного режиму необхідно збільшити швидкість нагрітого теплоносія в апараті, який збільшує стирання гранул. Крім цього, вказана висота псевдозрідженого шару є недостатньою для забезпечення необхідного часу перебування в зонах релаксації та теплообміну [3]. Тобто, при таких початкових технологічних параметрах псевдозрідженого шару і при синусоїдальній динаміці зміни температури псевдозрідженого шару не спостерігалось подрібнення гранул фракцій +3,0 і +3,5 мм. Тому на шостій годині дослідів були вилучені з псевдозрідженого шару частинки фракції розміром +3,5 мм і введені частинки фракції +1,2 і +1 мм, що виявилось у зменшенні еквівалентного діаметра з 4,0 до 1,5 мм (див. рис. 3). Тобто за рахунок зовнішнього рециркуляції відбулась зміна дисперсного складу частинок у псевдозрідженому шарі і масові відсотки фракцій +1, +1,2 і +2,0 мм становили кожна по 30 – 35 % (див. рис. 4).

Протягом з 6 до 23 год спостерігалось поступове зростання D_e від 1,5 до 2,5 мм (див. рис. 3), внаслідок зростання масового відсотка фракції +2 мм від 30% до 70 – 60 %, та поступового зменшення масового відсотка фракції +1,2 мм з 30 до 5% (див. рис. 4). Після досягнення фракцією +2 мм масового відсотка 80% при $\tau = 20$ год. Спостерігалось збільшення масового відсотка фракції +3 мм від 0 до 30% при адекватному зменшенні масового відсотка фракції +2 мм (див. рис. 4).

Така динаміка масових відсотків окремих фракцій свідчить про збільшення розміру гранул за рахунок кристалізації розчину на їх поверхні і відсутності агломерації частинок фракції менше 1 мм.

У цьому ж часовому інтервалі визначався вплив на кінетику процесу гранулоутворення величини гідравлічного опору псевдозрідженого шару. Так, з 6 до 8 год проводилося ступеневе збільшення цього параметра з 1600 до 1950 Па і до 15 год цей параметр підтримувався відносно постійним (див. рис. 6), при відносно стабільному значенні $D_e = 1,5 - 1,6$ мм.

Протягом з 15 до 35 год $\Delta P_{ш}$ підтримувався в межах 2000 – 2300 Па, що при монотонному збільшенні D_e від 1,5 до 2,5 мм призвело до зменшення поверхні шару з 21 до 15 м² (див. рис. 7) і відповідно до збільшення питомого навантаження поверхні шару за вологою a_f від 0,15 до 0,35 кг/(м²·год) (див. рис. 8). Це призвело до збільшення пилоутворення, а тому до зменшення виходу гранульованого продукту до 30% (рис. 9). Тобто в разі збільшення параметра a_f до 0,35 кг/(м²·год) час перебування надмірно зволжених частинок в зоні релаксації є недостатнім, що знижує міцність гранул і призводить до значного їх стирання.

Таким чином, при зміні еквівалентного діаметра частинок в шарі для підтримання заданої поверхні частинок в шарі необхідно проводити адекватну зміну висоти шару, виражену через гідравлічний опір псевдозрідженого шару:

$$\frac{\Delta P_2}{D_2} = \frac{\Delta P_1}{D_1}$$

звідси

$$\Delta P_2 = \frac{D_2}{D_1} \Delta P_1,$$

де ΔP_1 , ΔP_2 – поточні значення гідравлічного опору псевдозрідженого шару при значенні часу τ_1 і τ_2 , Па; D_1 , D_2 – поточні значення еквівалентного діаметра частинок при значенні часу τ_1 і τ_2 , мм.

Підтвердженням цьому є те, що в разі відносної постійності дисперсного складу псевдозрідженого шару та D_e в інтервалі часу 25 – 30 год проведення досліду (див. рис. 3), при значенні $\Delta P_{ш}$ на рівні (2200 ± 50) Па (див. рис. 6), спостерігалася і відносна стабілізація параметра a_f на рівні $0,25$ кг/(м²·год), що забезпечило вихід гранульованого продукту на рівні 70 – 85% (рис. 9).

З метою стабілізації дисперсного складу частинок у псевдозрідженому шарі протягом 22 – 24 год проводилася ступенева зміна температури псевдозрідженого шару, а саме: зниження до 90 °С з подальшим збільшенням до 95 – 97 °С (див. рис. 5). Це призвело до зменшення масового відсотка фракції +3 мм з 30 до 12% за рахунок подрібнення частини великих гранул і стабілізації масового відсотка фракції +2 мм на рівні 70%. Отже вдалося ініціювати процес подрібнення великих гранул і створення внутрішнього джерела нових центрів грануляції.

Тому з метою подальшого утримання масового відсотка фракції +2 мм на рівні 70% вжито ряд заходів щодо збільшення інтенсивності подрібнення великих гранул. Для цього в інтервалі часу 30 – 35 год при $\Delta P_{ш} = 2300$ Па проводилася багатократна ступенева зміна температури шару в межах 93 – 101 °С, 92 – 98 °С (див. рис. 5). В результаті на 35-й год проведення досліду відбулося зменшення масового відсотка фракції +3 мм з 20 до 3 %, фракції +2 мм до 60 % з одночасним збільшенням масового відсотка фракції +1,2 мм з 5 до 35 % і фракції +1 мм від 3 до 13%, що свідчить про інтенсивне подрібнення великих гранул тобто існування внутрішнього рециклу (див. рис.4).

З метою зменшення інтенсивності подрібнення проводилося збільшення загальної поверхні шару, починаючи з 35 год, та зниження температури псевдозрідженого шару при одночасному підвищенні його гідравлічного опору з 2150 до 2600 Па (див. рис. 5, 6). В результаті загальна поверхня псевдозрідженого шару зросла з 16 до 25 м² при відносній усталеності дисперсного складу псевдозрідженого шару. Так, масовий відсоток фракції +2 мм становив 60%, а масові відсотки фракцій +3, +1,2 і +1 мм – по 15 – 10 % кожна (рис. 4). Це пояснюється постійною інтенсивністю подрібнення частинок фракції +3,5 мм з утворенням стабільної кількості частинок фракцій +1,2 і +1 мм, що зумовило зменшення параметра a_f до $0,2 - 0,18$ кг/(м²·год) (див. рис. 8). В цьому ж інтервалі часу вихід гранульованого продукту дещо знизився і становив у середньому 70%, за рахунок утворення при інтенсивному подрібненні гранул великої кількості частинок розміром менше 0,25 мм, які виносяться з апарату теплоносієм.

Таким чином, стабілізація дисперсного складу для даного хімічного складу для робочого розчину за рахунок подрібнення частини гранул фракції більше 3,5 мм можлива при значенні температури псевдозрідженого шару (96 ± 4) °С та його гідравлічному опорі (2500 ± 150) Па. При цьому питома навантаження поверхні шару для даної корисної різниці температур $\Delta T = T_{вх} - T_{ш} = 110$ °С не повинне перевищувати $0,2$ кг/(м²·год).

У випадку збільшення $\Delta T_{кор}$ область стійкої кінетики процесу гранулоутворення визначається експериментально за рахунок збільшення $T_{ш}$ і $\Delta P_{ш}$.

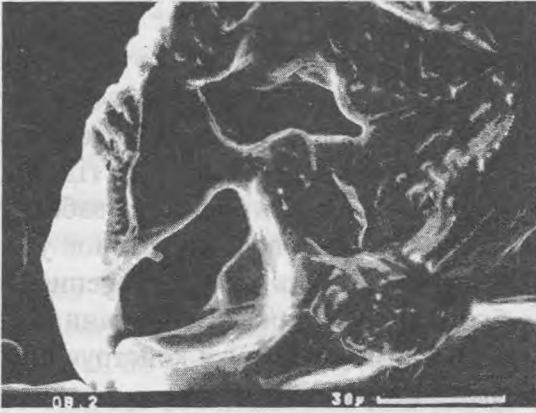


Рис. 1. Електронна мікрофотографія сколу гранули (збільшення в 1600 разів)

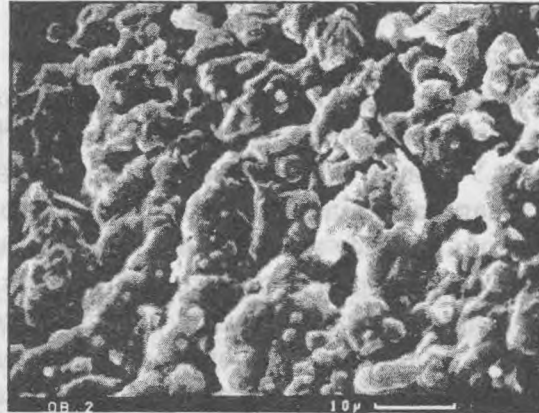


Рис. 2. Електронна мікрофотографія поверхні гранули (збільшення в 3000 разів)

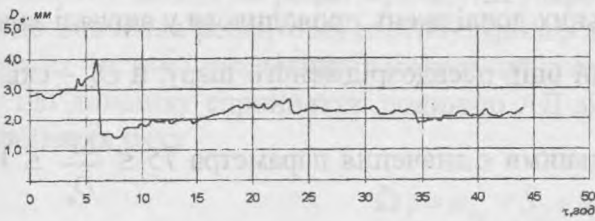


Рис. 3. Зміна в часі еквівалентного діаметра частинок у псевдозрідженому шарі

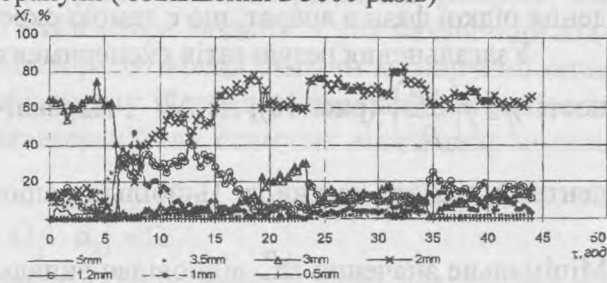


Рис. 4. Зміна дисперсного складу у псевдозрідженому шарі

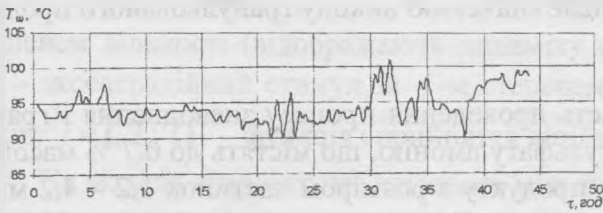


Рис. 5. Зміна температури псевдозрідженого шару

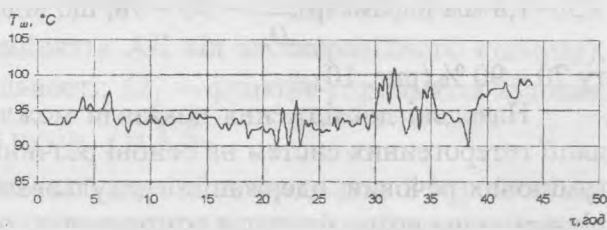


Рис. 6. Зміна гідравлічного опору псевдозрідженого шару

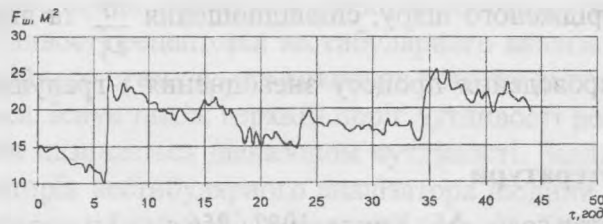


Рис. 7. Зміна загальної поверхні твердих частинок у псевдозрідженому шарі

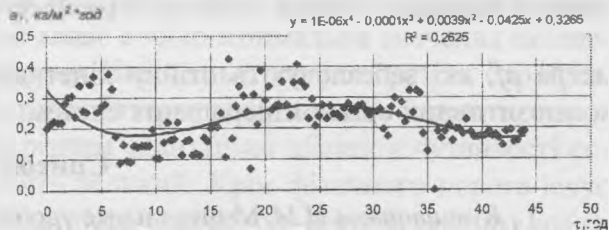


Рис. 8. Зміна питомого навантаження поверхні шару за випарованою вологою

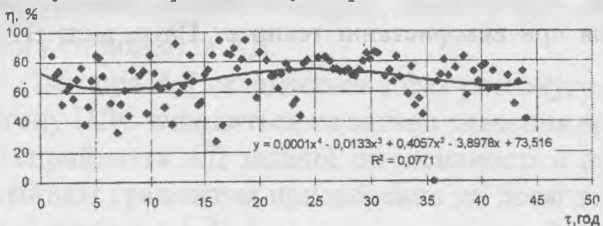


Рис. 9. Зміна виходу гранульованого продукту

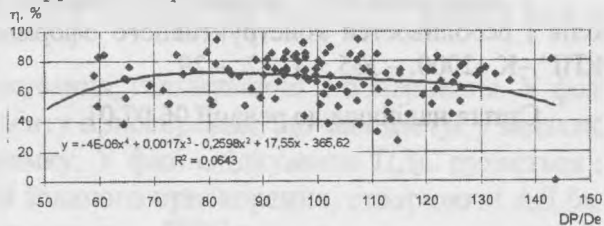


Рис. 10. Зміна залежності $\eta = f\left(\frac{\Delta P}{De}\right)$

Ефективність процесу зневоднення і грануляції гетерогенних систем суттєво залежить від максимального використання для міжфазового обміну загальної поверхні частинок у псевдозрідженому шарі. Це визначається стійкою активною гідродинамікою псевдозрідженого шару. У той же час висота псевдозрідженого шару, що виражається через його гідравлічний опір, залежить від хімічного складу рідкої фази і повинна бути достатньою для забезпечення кінетики процесу масової кристалізації гетерогенних систем на поверхні частинок у псевдозрідженому шарі. Разом з тим, збільшення висоти шару призводить до перетворення струменево-циркуляційного режиму псевдозрідження до бульбашкового режиму “кипіння”, що негативно впливає на тепломасообмінні процеси і повинно компенсуватися конструкцією газорозподільного пристрою та конфігурацією камери гранулятора.

Тому основними факторами, що забезпечать ефективний режим зневоднення композитивних гетерогенних систем є конструкції газорозподільного пристрою і пристрою для введення рідкої фази в апарат, що є темою окремих досліджень.

Узагальнення результатів експериментальних досліджень проводилося у вигляді залежності $\eta = f\left(\frac{\Delta P}{D_e}\right)$ (рис. 10), де ΔP – гідравлічний опір псевдозрідженого шару, а D_e – еквівалентний діаметр частинок. Найбільш раціональними є значення параметра $75 \leq \frac{\Delta P}{D_e} \leq 100$.

Мінімальне значення $\frac{\Delta P}{D_e}$ відповідає випадку, коли $D_e > 2,5$ мм, що характеризується відсутністю подрібнення великих гранул. У разі зменшення еквівалентного діаметра частинок до 1,5 – 1,8 мм параметр $\frac{\Delta P}{D_e} = 90 - 98$, що відповідає значенню виходу гранульованого продукту 70 – 90 % (рис. 10).

Наведені дослідження показали можливість проведення процесу зневоднення і грануляції гетерогенних систем на основі розчинів сульфату амонію, що містять до 0,7 % масових гумінових речовин, одержання гранульованого продукту з розміром частинок 1,2 – 4,2 мм з рівномірним розподіленням компонентів по всьому об'єму гранули і міцністю до 20 Н на гранулу, визначим ступінь впливу основних технологічних параметрів $T_{ш}$ і $\Delta P_{ш}$ на стабілізацію дисперсного складу за рахунок подрібнення великих гранул (внутрішній рецикл), встановили діапазон значень температури псевдозрідженого шару, співвідношення $\frac{\Delta P}{D_e}$ та пара-

метра af , які забезпечують стійку кінетику проведення процесу зневоднення і грануляції композитивних органомінеральних систем.

Список літератури

1. *Кувшинников И.М.* Минеральные удобрения и соли. –М.: Химия, 1987.–256 с.
2. *Пат. України № 4465, МКІ С 05 G 1/00.* Спосіб виготовлення гранульованих органомінеральних добрив/ Заграй Я.М., Корнієнко Я.М. Опубл. 17.12.94. Бюл. № 6-1.
3. *Корнієнко Я.М., Заграй Я.М., Магазій П.М., Красовський О.В.* Дослідження температурних полів і особливостей конструктивного оформлення при використанні техніки// *Наук. вісті НТУУ “КПІ”*. –К.–2000. – №5. – С 22. – 29.

Стаття надійшла до редакції 06.07.01.