

**ЛАБОРАТОРНЫЙ СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ГРАНУЛИРОВАННОЙ
АММИАЧНОЙ СЕЛИТРЫ**

Н. П. КУРИН, Г. А. ОРМАН и Е. Т. ЛАБЫКИНА

В предыдущем сообщении одного из нас [1] была рассмотрена структура гранул аммиачной селитры, получаемой методом разбрызгивания плава и охлаждения получаемых капель при их падении в токе воздуха, механизм слеживания и возможные пути борьбы со слеживаемостью этого важного для сельского хозяйства удобрения. Для разнообразных экспериментальных исследований в области получения несслеживающейся гранулированной аммиачной селитры необходимо иметь лабораторный способ получения гранул, близких по своей форме, структуре и размерам к промышленным образцам. Наличие такого способа позволит исследователям изучать влияние различных факторов на слеживаемость свежесприготовленных неизмененных гранул без проведения многочисленных дорогостоящих опытов в заводском масштабе.

Описанные в литературе способы гранулирования аммиачной селитры сводятся к тому, что дробят [2] застывшие куски предварительно расплавленной селитры и с помощью сит отсортировывают нужную фракцию с размером гранул $\sim 1,5 - 2,5$ мм, либо гранулируют расплавленный плава [3] в котлах с паровой рубашкой при постепенном охлаждении и непрерывном перемешивании плава с помощью медленно двигающейся мешалки.

Однако как в том, так и другом способах получающиеся гранулы не имеют правильной шаровой формы и структуры, характерной для гранул, получаемых путем разбрызгивания и охлаждения плава в токе воздуха.

Основным затруднением при создании лабораторного способа гранулирования аммиачной селитры по методу разбрызгивания в воздухе является большая высота падения капель, составляющая для промышленных грануляционных башен ~ 35 м.

При разработке лабораторного способа получения гранулированной аммиачной селитры методом разбрызгивания мы руководствовались следующими общими соображениями.

Получение гранул из плава аммиачной селитры должно складываться из двух процессов:

- 1) процесса образования капель заданного размера,
- 2) процесса затвердевания капель в гранулы при падении в воздухе.

Для совершения первого процесса необходимо затрачивать некоторое количество энергии на образование поверхности капель. Эта энергия затрачивается на совершение работы против сил поверхностного натяжения.

Если использовать в качестве источника энергии кинетическую энергию самого падающего плава аммиачной селитры, то минимальная высота (h) сосуда с плавом (9) над поверхностью дробления (11) (фиг. 1) должна быть такой, при которой запас энергии плава был бы равен энергии, необходимой для образования поверхности капель.

Приняв во внимание, что объем одной капли равен

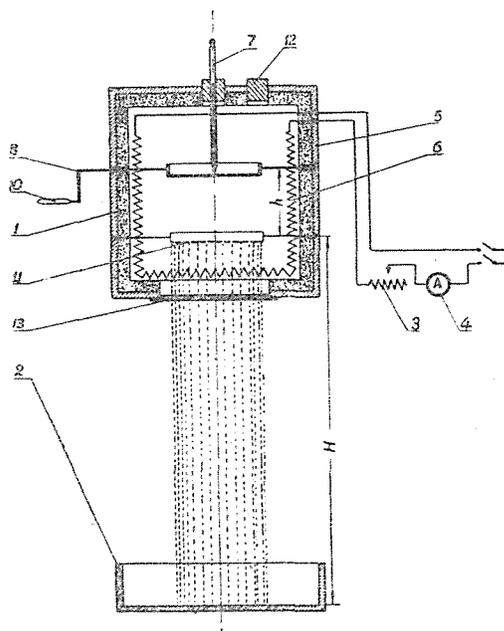
$$V = \frac{1}{6} \pi \cdot d^3, \quad (1)$$

поверхность капли (s)

$$s = \pi d^2 \quad (2)$$

и количество капель (n), образующихся из G грамм плава

$$n = \frac{G}{\gamma \cdot V}, \quad (3)$$



Фиг. 1. Схема лабораторной установки для получения гранулированной аммиачной селитры.

найдем общую поверхность (S) всех капель

$$S = n \cdot s = \frac{6 \cdot G}{\gamma \cdot d}. \quad (4)$$

В уравнениях (1), (2), (3) и (4)

d — диаметр капли,

γ — удельный вес плава селитры.

Минимальная работа (A), необходимая для образования поверхности всех капель, будет равна

$$A = S \cdot a = \frac{6 \cdot G \cdot a}{\gamma \cdot d}, \quad (5)$$

где a — минимальная работа образования 1 см² поверхности капли.

С другой стороны, потенциальная энергия (A') жидкого плава селитры на высоте h (фиг. 1) над плоскостью дробления составит

$$A' = G \cdot h. \quad (6)$$

Величины A и A' должны быть равны, т. е.

$$A = A'. \quad (7)$$

Отсюда, если подставить в уравнение (7) значения A и A' из уравнений (5) и (6), найдем

$$h = \frac{6 \cdot a}{\gamma \cdot d}. \quad (8)$$

Входящая в уравнение (8) величина работы (a) образования единицы поверхности капель численно равна поверхностному натяжению жидкости (σ). Заменяв в уравнении (8) (a) на (σ), получим

$$h = \frac{6 \cdot \sigma}{\gamma \cdot d}. \quad (9)$$

Из уравнения (9) видно, что необходимая для образования капель высота h плава над плоскостью дробления прямо пропорциональна поверхностному натяжению и обратно пропорциональна удельному весу плава и диаметру капли. Таким образом, для получения капель, а следовательно, и гранул меньшего диаметра, необходимо увеличивать высоту h .

Пользуясь уравнением (9), рассчитаем минимальную высоту падения (h) плава над поверхностью дробления для образования гранул диаметром 2 мм.

При грануляции плава концентрацией 98,5—99% NH_4NO_3 и температуре порядка 155° поверхностное натяжение составляет около $100 \frac{\text{дин}}{\text{см}}$.

Так как $1 \text{ дина} = 1,0197 \cdot 10^{-8} \text{ кг}$, то

$$\sigma = \frac{100 \cdot 1,0197 \cdot 10^{-8}}{0,01^2} = 1,0197 \cdot 10^{-2} \text{ кгм.}$$

Удельный вес плава селитры при тех же условиях равен 1437 кг/м^3 . Подставив приведенные величины в уравнение (9), получим

$$h = \frac{6 \cdot 1,0197 \cdot 10^{-2}}{1437 \cdot 0,002} = 0,0213 \text{ м} = 2,13 \text{ см.}$$

Таким образом, если бы вся кинетическая энергия падающего плава селитры использовалась на образование капель диаметром 2 мм, то для этого необходимо выливать плав на поверхность дробления с высоты 2,13 см.

Однако следует отметить, что уравнение (9) не учитывает затрату энергии на преодоление сопротивления воздуха при падении плава на пути от сосуда (9) до поверхности дробления (11) (фиг. 1), на преодоление сопротивления при прохождении плава через отверстия поверхности (11) и на создание вращательного и некоторого поступательного движения капель. Поэтому действительная величина h должна быть выше, нежели это вычисляется из уравнения (9).

Для того чтобы капля плава аммиачной селитры, оторвавшись от поверхности дробления, превратилась в твердую гранулу, необходимо ее охладить до некоторой конечной температуры.

Необходимая высота падения капли-гранулы от поверхности дробления (11) до приемника (2) (Н) будет определяться условиями теплопередачи, а последние тесно связаны со скоростью и временем полета гранулы в воздухе.

Скорость падения гранул

Скорость падения шарообразных частиц в воздухе можно найти, исходя из следующих соображений.

Сила, действующая на свободнопадающую частицу, будет равна силе тяжести этой частицы, уменьшенной на силу сопротивления воздуха, т. е.

$$m \cdot \frac{dv}{dt} = m \cdot g - F, \quad (10)$$

где m — масса частицы,

$\frac{dv}{dt}$ — наблюдаемое ускорение падения частицы, равное первой производ-

ной скорости по времени,

g — ускорение силы тяжести,

F — сила сопротивления воздуха.

Для шаровых частиц сила сопротивления воздуха [4] по закону Ньютона будет равна

$$F = Z \cdot \frac{\pi d^2}{4} \cdot \gamma_2 \cdot \frac{v^2}{2g}, \quad (11)$$

где d — диаметр гранулы,

v — скорость падения гранулы,

γ_2 — удельный вес воздуха,

Z — коэффициент сопротивления.

Коэффициент Z зависит от характера движения, выражаемого числом Рейнольдса.

Числа Рейнольдса для реально возможных скоростей падения гранул в воздухе при температуре 20° можно подсчитать по уравнению (12)

$$Re = \frac{v \cdot d \cdot \gamma_2}{\mu \cdot g}. \quad (12)$$

При указанных условиях ($\gamma_2 = 1,2 \text{ кг/м}^3$, $\mu = 1,83 \cdot 10^{-6} \text{ кгсек/м}^2$, $d = 0,002 \text{ м}$ и $g = 9,81$) и скоростях падения от 0,01 до 4 и от 4 до 10 м/сек. Re оказались равными соответственно 1,3—530 и 530—1340.

В диапазоне возможных скоростей падения гранул характер зависимости Z от скорости меняется; для скоростей до $\sim 4 \text{ м/сек}$. Z необходимо вычислять по уравнению (13),

$$Z = \frac{18,5}{Re^{0,6}} = \frac{18,5}{\left(\frac{v \cdot d \cdot \gamma_2}{\mu \cdot g} \right)^{0,6}} \quad (13)$$

и при скоростях падения выше 4 м/сек и до $Re = 150000$ его следует принимать постоянным и равным 0,44.

Вычислим скорость падения гранулы как функцию времени при $Re = 1 - 500$. Для этой цели подставим в уравнение (11) вместо Z его значение из уравнения (13) получим,

$$F = \frac{18,5 \cdot \pi \cdot \mu^{0,6} \cdot d^{1,4} \cdot \gamma_2^{0,4} \cdot v^{1,4}}{8 \cdot g^{0,4}}. \quad (14)$$

Масса гранул m равна

$$m = \frac{\pi \cdot d^3 \cdot \gamma_1}{6 \cdot g}. \quad (15)$$

После подстановки F из уравнения (14) и m из уравнения (15) в уравнение (10) и некоторых преобразований получим

$$dv = \left(g - \frac{6 \cdot 18,5 \mu^{0,6} \cdot \gamma_2^{0,4} \cdot g^{0,6}}{8 \cdot \gamma_1 \cdot d^{1,6}} \cdot v^{1,4} \right) dt$$

или

$$dv = (g - av^{1,4}) dt, \quad (16)$$

где $a = \frac{6 \cdot 18,5 \cdot \mu^{0,6} \cdot \gamma_2^{0,4} \cdot g^{0,6}}{8 \cdot \gamma_1 \cdot d^{1,6}}$ — величина постоянная.

Для нахождения зависимости скорости падения от времени необходимо проинтегрировать уравнение (16) в пределах от 0 до t_1 , и от 0 до v_1 , именно

$$\int_0^{t_1} dt = t_1 = \int_0^{v_1} \frac{dv}{g - av^{1,4}}. \quad (17)$$

Интеграл (17) в общем виде решить не удастся, и поэтому мы прибегли к графическому интегрированию для случая падения гранулы диаметром 2 мм в воздухе, имеющем температуру 20° и давление 1 атм. При этих условиях величина a в уравнении (17) равна

$$a = \frac{6 \cdot 18,5 \cdot 1,83 \cdot 10^{-6} \cdot 1,2^{0,4} \cdot 9,81^{0,6}}{8 \cdot 1477 \cdot 0,002^{1,6}} = 0,29878,$$

где величина 1477 есть средний кажущийся удельный вес капли и образованной из нее гранулы при температурах 155 и 85°. Как было отмечено одним из нас [1], при 155 и 85° γ_1 оказалось равным соответственно 1437 и 1517 кг/м³, отсюда

$$\gamma_1 = \frac{1437 + 1517}{2} = 1477 \text{ кг/м}^3.$$

После подстановки значения ускорения силы тяжести и величины a в уравнение (17) получим

$$t_1 = \int_0^{v_1} \frac{dv}{9,81 - 0,29878 \cdot v^{1,4}} = \int_0^{v_1} f(v) dv. \quad (18)$$

Задаваясь величиной v , вычислили значения

$$f(v) = \frac{1}{9,81 - 0,29878 \cdot v^{1,4}}$$

и по полученным данным построили диаграмму (фиг. 2), где по оси абсцисс отложены скорости падения, а по оси ординат — соответствующие им $f(v)$. Площади, ограниченные кривой (1), осью абсцисс и любой ординатой, опущенной из кривой (1) на ось абсцисс, умноженные на масштаб диаграммы (1 клетка площади равна 0,05 сек.), дают время падения гранулы для достижения заданных скоростей вплоть до 4 м/сек.

Площади на фиг. 2 измерялись с помощью планиметра. Результаты вычислений представлены в верхней половине табл. 1.

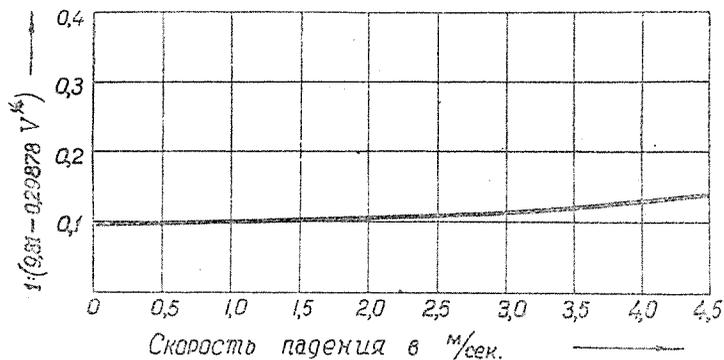
Т а б л и ц а

Время, необходимое для приобретения определенных скоростей свободно падающей каплей-гранулой аммиачной селитры в воздухе, имеющем температуру 20° и давление 1 атм (начальная скорость падения принята равной нулю).

Скорость падения в м/сек	Время падения в сек.		Примечание	
	в воздухе	в безвоздушном пространстве		
0,5	0,05145	0,05097	В области скоростей 0,01—4 м/сек коэффициенты Re лежат в пределах 1,337—535	
1,0	0,1035	0,1019		
1,5	0,1547	0,1529		
2,0	0,2092	0,2039		
2,5	0,2652	0,2548		
3,0	0,3232	0,3058		
3,5	0,3837	0,3568		
4,0	0,4471	0,4077		
4,5	0,5153	0,4587		В области скоростей падения 4—8,5 м/сек коэффициенты Re лежат в пределах 535—1136
5,0	0,5858	0,5097		
5,5	0,6728	0,5607		
6,0	0,776	0,6116		
6,5	0,8800	0,6626		
7,0	1,021	0,7136		
7,5	1,215	0,7645		
8,0	1,542	0,8155		
8,3	1,994	0,8461		
8,45	2,984	0,8614		

При вычислении скорости падения гранулы как функции времени при $Re = 500—1200$ было учтено, что коэффициент сопротивления $Z = 0,44$; подставив это его значение в уравнение (11), получим

$$F = 0,44 \frac{\pi d^2}{4} \cdot \gamma_2 \cdot \frac{v^2}{2g} \quad (19)$$

Фиг. 2. Зависимость $f(v)$ от скорости падения.

Заменив в уравнении (10) силу сопротивления воздуха F на его значение из уравнения (19), выразив массу m гранулы через ее диаметр, удельный вес и ускорение силы тяжести найдем

$$\frac{dv}{dt} = g - av^2, \quad (20)$$

где

$$a = \frac{0,33 \cdot \gamma_2^2}{\gamma_1 \cdot d} \quad (21)$$

Для нахождения связи между скоростью падения и потребным для этого временем необходимо уравнение (20) проинтегрировать в пределах времени от t_1 , до t_2 и соответственно v_1 , и v_2

$$\int_{t_1}^{t_2} dt = \int_{v_1}^{v_2} \frac{dv}{g - av^2} \quad (22)$$

Интегрируя и подставляя пределы, найдем

$$t_2 = t_1 - \frac{2,303}{2 \cdot a \cdot \sqrt{\frac{g}{a}}} \log \frac{\left(v_2 - \sqrt{\frac{g}{a}}\right) \cdot \left(v_1 + \sqrt{\frac{g}{a}}\right)}{\left(v_2 + \sqrt{\frac{g}{a}}\right) \cdot \left(v_1 - \sqrt{\frac{g}{a}}\right)} \quad (23)$$

Для гранул диаметром 2 мм при заданном состоянии воздуха согласно уравнению (21)

$$a = \frac{0,33 \cdot 1;2}{1477 \cdot 0,002} = 0,13683 \quad \text{и}$$

$$\sqrt{\frac{g}{a}} = \frac{9,81}{0,13683} = 8,467.$$

Минимальная скорость падения, при которой сила сопротивления воздуха начинает выражаться уравнением (19), составляет 4 м/сек, и для этого затрачивается 0,4471 сек. Подставив в уравнение (23) значения a ,

$\sqrt{\frac{g}{a}}$, $v_1 = 4$ и $t_1 = 0,4471$, получим

$$t_2 = 0,4471 - 0,9939 \log \frac{2,7909(8,467 - v_2)}{(8,467 + v_2)} \quad (24)$$

По уравнению (24) было рассчитано время, необходимое для достижения задаваемых скоростей падения гранулы в воздухе. Результаты вычислений приведены в нижней половине табл. 1.

Для иллюстрации того, насколько велико влияние сопротивления воздуха, в третьем столбце табл. 1 также приведено время, необходимое для достижения заданной скорости в безвоздушном пространстве.

Результаты вычислений изображены на фиг. 3, где участки OA и AB кривой 1 построены по данным табл. 1, когда коэффициенты Z соответственно равны $\frac{18,5}{Re^{0,6}}$ и 0,44. Как видно из табл. 1 и фиг. 3, скорость падения гранулы в воздухе возрастает до некоторого предела и в дальнейшем остается постоянной.

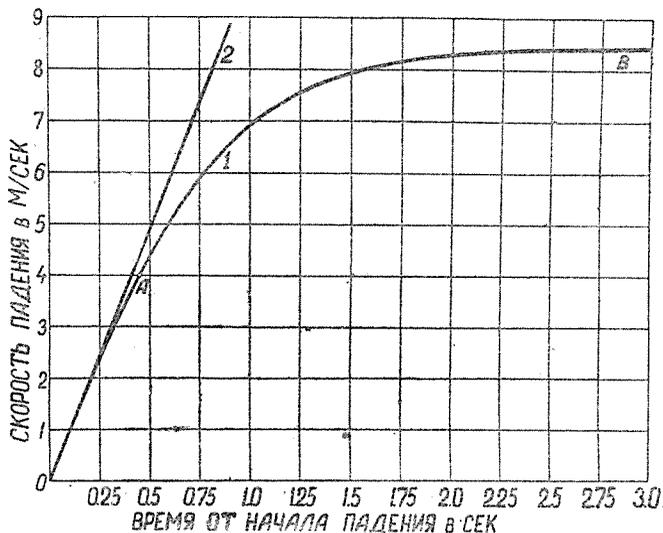
Из уравнения (20) видно, что гранула приобретает максимальную скорость падения, когда

$$\frac{dv}{dt} = g - av^2 = 0,$$

откуда максимальная постоянная скорость падения будет равна

$$v_{max} = \sqrt{\frac{g}{a}} = 8,467 \text{ м/сек.}$$

Отсюда следует, что уравнение (24) справедливо лишь для скоростей 4—8,467 м/сек.



Фиг. 3. Зависимость скорости падения гранулы аммиачной селитры от времени падения. Диаметр гранулы 2 мм. Кривая 1 выражает зависимость $v = f(t)$ для воздуха. Кривая 2—для безвоздушного пространства.

Из анализа уравнения (24) вытекает необходимость затрачивать бесконечное количество времени для достижения максимальной скорости падения; однако в действительности для достижения скоростей, близких к максимальной, требуется ограниченное время, например, через 2,984 сек. падения достигается скорость 8,45 м/сек., что составляет 99,8 % от v_{max} .

Высота падения гранулы

Кривая 1 на фиг. 2 выражает функциональную зависимость скорости падения гранулы от времени, и в общем виде ее можно выразить уравнением

$$v = \frac{dH}{dt} = f(t), \quad (25)$$

где H — высота падения.

Из уравнения (25) $dH = f(t) dt$, откуда высота падения гранулы к моменту времени t будет равна

$$\int_0^H dH = H = \int_0^t f(t) dt. \quad (26)$$

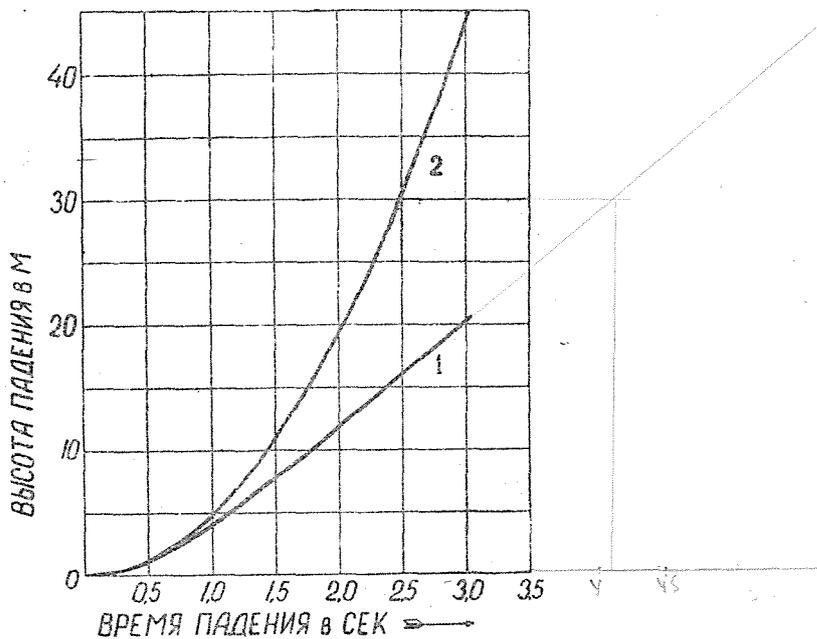
В нашем случае $f(t)$ задана кривой 1 на фиг. 3, и поэтому высота H , равная интегралу (26), будет выражаться площадью, ограниченной кривой 1, осью абсцисс и одной из ординат скорости. Для нахождения H измерен-

ные с помощью планиметра площади на фиг. 3 были умножены на масштаб диаграммы, равный 0,25 м на одну клетку площади. Результаты вычислений приведены в табл. 2 и изображены на фиг. 4.

Таблица 2
Высота падения капли-гранулы аммиачной селитры
в зависимости от времени падения

Диаметр капли-гранулы 2 мм.
Температура воздуха 20°; $P = 1 \text{ атм}$

Время падения в сек.	Высота падения к данному моменту времени	
	в воздухе	в безвоздушном пространстве
0,00	0,00	0,00
0,10	0,0485	0,0491
0,15	0,1088	0,1104
0,25	0,2998	0,3066
0,50	1,156	1,226
0,75	2,456	2,759
1,00	4,072	4,905
1,25	5,892	7,664
1,50	7,835	11,04
1,75	9,854	15,02
2,00	11,92	19,62
2,25	14,00	24,33
2,50	16,10	30,66
2,75	18,21	37,09
3,00	20,32	44,15



Фиг. 4. Зависимость высоты падения гранулы аммиачной селитры от времени.

Кривые 1 и 2 соответственно для воздуха и безвоздушного пространства.

Таким образом, из всего вышеизложенного видно, что если ограничить-ся доступными для лабораторных условий высотами падения капли от поверхности дробления (11) до приемника (2) порядка $\sim 8-12$ м, то время падения, равное времени охлаждения, не должно превышать для гранулы диаметром 2 мм в указанных выше условиях 1,5—2 сек.

Время охлаждения капли-гранулы аммиачной селитры из условий теплопередачи

Охлаждение капли, а затем гранулы следует рассматривать как охлаждение шара в воздухе при нестационарных условиях. Однако эта задача слишком усложняется вследствие выделения тепла фазовых переходов (затвердевание расплавленной селитры в кристаллическую модификацию I (ϵ) с выделением 16,75, переходы кристаллических модификаций I (ϵ) в II (δ) с выделением 12,24 и II (δ) в III (γ_1) 4,17 кал/кг), и скачкообразными изменениями теплоемкостей и теплопроводностей возникающих новых фаз. Поэтому в качестве первого приближения, охлаждение капли-гранулы мы отождествили с охлаждением шара, в котором отсутствуют фазовые переходы и изменения теплоемкости и теплопроводности. Как показал Гребер [5], в этом случае конечная температура шара находится в функциональной зависимости от начальной температуры и определяется уравнением (27)

$$T_0 = T_c \Phi_0 \left(hR, \frac{at}{R^2} \right), \quad (27)$$

где T_0 —температура на поверхности шара к концу охлаждения,
 T_c —начальная температура шара одинаковая в центре шара и на его поверхности,

R —радиус шара в метрах,

$h = \frac{\alpha}{\lambda}$ — относительный коэффициент теплопередачи,

α —коэффициент теплопередачи от поверхности шара воздуху в кал/м² час. гр,

λ —коэффициент теплопроводности вещества шара в кал/м. час. гр,

$a = \frac{c \cdot \gamma}{c \cdot \gamma}$ — коэффициент температуропроводности,

c и γ соответственно, теплоемкость и удельный вес шара в кал/кг. гр и кг/м³,

t — время охлаждения гранулы в часах.

Для вычисления относительного коэффициента теплопередачи h необходимо знать α и λ .

В литературе отсутствуют данные относительно коэффициента теплопередачи от поверхности шара к воздуху, и поэтому для вычисления α мы воспользовались уравнением (28), справедливым для цилиндров [5],

$$\alpha = 0,0670 \frac{\lambda_m}{d} \cdot \left(1273 + \frac{v \cdot d \cdot \rho_m}{\mu_m} \right)^{0,716}, \quad (28)$$

где λ_m —коэффициент теплопередачи воздуха при средней температуре стенки цилиндра и воздуха t_m ,

d — диаметр цилиндра в м,

v — скорость движения воздуха в м/сек, в нашем случае средняя скорость падения капли-гранулы,

ρ_m и μ_m —соответственно, плотность и вязкость воздуха при средней температуре t_m .

В наших опытах поступающий на грануляцию плав селитры содержал ~1% влаги и имел температуру 155°, близкую температуре насыщенного раствора, в результате чего отпадала необходимость в затратах времени на отнятие теплоты перегрева. Температура гранулы за время падения в воздухе, имевшем температуру 15°, понижалась до 85°. Средняя температура поверхности капли-гранулы равнялась

$$\frac{155 + 85}{2} = 120^\circ$$

и средняя температура между температурами поверхности гранулы и воздухом

$$t_m = \frac{120 + 15}{2} = 68^\circ.$$

При этой температуре $\rho_m = 0,105 \text{ кг сек}^2/\text{м}^3$, $\nu_m = 2,12 \cdot 10^{-6} \text{ кг сек}/\text{м}^2$. Как было показано выше, скорость падения гранулы является переменной величиной, среднее значение которой можно определить по кривой фиг. 3. Для этой цели были определены скорости падения к моментам времени 0,25; 0,5; 0,75; 1,0; 1,25; 1,5 сек. и вычисленная из полученных данных среднеарифметическая скорость падения за 1,5 сек оказалась равной 6 м в секунду. Коэффициент теплопередачи, вычисленный по уравнению (28), для капли-гранулы диаметром 2 мм составляет 181 кал/м². час. гр.

В литературе также отсутствуют данные по теплопроводности расплавленной и твердой аммиачности селитры, поэтому для приближенного вычисления указанной величины было использовано уравнение (29)[4]

$$\lambda = \frac{0,293 \cdot \gamma^{2,15} \cdot c^{1,55} \cdot M^{0,192}}{\mu^{0,12}} \text{ кал/м. час., гр.} \quad (29)$$

где $\gamma = 1,434$ относительный (к воде) удельный вес жидкости,

$c = 0,37$ удельная теплоемкость жидкости в кал/кг. гр,

$M = 80$ молекулярный вес жидкости,

$\mu = 4,94$ вязкость жидкости в сантипуазах.

Вычисленное по уравнению (29) значение λ оказалось равным 0,261 кал/м. час. гр.

Приняв во внимание начальную температуру капли 155° и температуру воздуха 15° при ее диаметре 2 мм, получим

$$\frac{T_0}{T_c} = \frac{155 - 15}{85 - 15} = 0,50; \quad h = \frac{\alpha}{\lambda} = \frac{181}{0,261} = 693;$$

$h \cdot R = 693 \cdot 0,001 = 0,693$. Для найденных значений $\frac{T_0}{T_c}$ и $h \cdot R$ величина

$\frac{a t}{R^2}$ по диаграмме Гребера [5] равна 0,3. При вычислении коэффициента температуропроводности

$$a = \frac{\lambda}{c \cdot \gamma} = \frac{0,261}{0,4 \cdot 2,1477} = 0,000221$$

было учтено то, что при охлаждении гранулы отводится не только физическое тепло кристаллов и маточного раствора, но также и тепло фазовых переходов; так как эти теплоты в указанном интервале температур приблизительно равны, то средняя теплоемкость кристаллов и маточного раствора, равная 0,4, была удвоена.

Время охлаждения капли-гранулы оказалось равным

$$t = \frac{0,3 \cdot R^2 \cdot 3600}{a} = \frac{0,3 \cdot 0,001^2 \cdot 3600}{0,000221} = 4,89 \text{ сек.},$$

что значительно превышает приемлемую для лабораторных условий величину и, как это будет показано ниже, указывает на существенные погрешности в вычислении.

Схема лабораторной установки

Схема лабораторной установки для грануляции аммиачной селитры изображена на фиг. 1.

Установка состоит из камеры для расплавления селитры и получения капель (1), приемника для гранул (2), реостата (3) и амперметра (4). Камера (1) была изготовлена из листового железа и выложена внутри асбестом (5) толщиной 10 мм для снижения потерь тепла в окружающее пространство. Нагревание камеры производилось электрическим током, пропускаемым через спираль (6). Регулирование температуры производилось изменением силы тока с помощью реостата (3), руководствуясь при этом показаниями амперметра (4) и термометра (7).

В верхней части камеры на железной оси (8) укреплена фарфоровая или из кислотоупорной стали ЭЯ1-Т чашка (9), могущая переворачиваться с помощью рукоятки (10). В нижней части камеры на расстоянии $h = 100$ мм от чашки (9) на опорах укреплено сито (11) из листового алюминия или стали ЭЯ1-Т диаметром 110 мм, толщиной 0,5 мм. Отверстия в сите имели диаметр 1,5 мм и располагались друг от друга на расстоянии 3—4 мм.

Передняя стенка камеры выполнена в виде дверцы, которая в рабочем состоянии закрыта. В верхней крышке камеры имеется 2 отверстия, в одно из которых вставляется термометр для измерения температуры плава селитры, а через другое (12) вводится селитра и, в случае необходимости, вода. В дне камеры имеется отверстие, закрываемое задвижкой (13) из листового асбеста.

Камера устанавливалась на кронштейне на высоте $H = 7,5$ м от пола, для чего была использована лестничная клетка между первым и вторым этажами.

Процесс гранулирования осуществлялся следующим образом.

При закрытой передней дверце и задвижке (13) включался электроподогрев камеры, и по достижении в ней заданной температуры через отверстие (12) с помощью воронки вводилось нужное количество дробленой аммиачной селитры и, если это требовалось, с помощью пипетки—соответствующее количество дистиллированной воды. Отверстие (12) закрывалось пробкой и после расплавления селитры и установления заданной температуры плава, открывалась задвижка (13). Быстрым поворотом рукоятки (10) чашка (9) быстро переворачивалась, и плав выливался на сито (11). Образующиеся капли плава за время падения от сита (11) до приемника (2) за счет теплообмена с окружающим холодным воздухом отдавали часть своего тепла и превращались в твердые шарообразные гранулы.

Полученные горячие гранулы можно было быстро высыпать из приемника в аппаратуру для исследования процессов слеживания и других вопросов, минуя стадию предварительного охлаждения селитры до комнатной температуры.

Разумеется, вносить селитру и воду в чашку (9) можно было и через дверцу, однако это более существенно расстраивало температурный режим работы камеры и приходилось затрачивать дополнительное время на его регулировку.

Как показали опыты, с помощью описанной установки можно гранулировать чистую аммиачную селитру в количествах, достаточных для исследования слеживаемости и некоторых других вопросов.

Гранулометрический состав селитры, полученный в лаборатории, приближается к гранулометрическому составу промышленных образцов [6] и характеризуется следующими данными.

Гранулометрический состав аммиачной селитры, полученный на лабораторной установке

Диаметр гранул в мм	% вес
>3	1,00
3—2	42,76
2—1,5	23,50
1,5—1	24,20
1—0,5	6,93
0,5—0	1,61

При выливании расплавленной селитры из чашки (9) лишь около 20—30% ее проходило через отверстия сита (11) и превращалось в гранулы, а остальная часть плава оставалась на сите.

Используя уравнение (9), а также зная выход гранул (x) в процентах от общего количества поступающего на грануляцию плава, проценты гранул ($y_1, y_2, y_3, \dots, y_n$), имеющих диаметры соответственно $d_1, d_2, d_3, \dots, d_n$, нетрудно показать, что степень использования энергии падающего плава (α) на образование поверхности гранул будет выражаться уравнением (30)

$$\alpha = \frac{6 \cdot \sigma \cdot x}{100 \cdot \gamma \cdot h} \left(\frac{y_1}{d_1} + \frac{y_2}{d_2} + \frac{y_3}{d_3} + \dots + \frac{y_n}{d_n} \right). \quad (30)$$

Подставив в уравнение 30 значения $y_1, y_2, y_3, \dots, y_n$ и соответствующие средние диаметры гранул $d_1, d_2, d_3, \dots, d_n$ из приведенной выше таблицы гранулометрического состава, получим

$$\alpha = \frac{6 \cdot 1,0197 \cdot 10^{-2} \cdot 30}{100 \cdot 1437 \cdot 0,1} \left(\frac{1}{0,003} + \frac{42,76}{0,0025} + \frac{23,5}{0,00175} + \frac{24,2}{0,00125} + \frac{6,93}{0,00075} + \frac{1,63}{0,00025} \right) = 8,43\%.$$

Таким образом, лишь 8,43% энергии падающего плава расходовалось на совершение работы против сил поверхностного натяжения при образовании поверхности капель. В согласии с предыдущим это можно объяснить значительной затратой энергии на преодоление сопротивления отверстий сита и создание вращательного и некоторого поступательного движения образовавшихся гранул.

Вариирование температурного режима в процессе расплавления, наряду с введением в селитру различных количеств воды, давало возможность в лабораторных условиях получать гранулы селитры с различной влажностью от 98,5 и выше процентов. Нельзя злоупотреблять перегревом и слишком высокой влажностью селитры, так как в этих случаях капли, падая с высоты 7,5 м, не успевали приобрести достаточную прочность и при ударе о дно приемника расплющивались.

Опыты также показали, что с помощью описанной установки можно гранулировать аммиачную селитру с различными растворимыми и твердыми пылевидными добавками. Это имеет особенно большое значение для выпол-

нения исследований в области разработки способов борьбы со слеживаемостью без постановки дорогостоящих, малодоступных опытов в заводском масштабе.

Исходя из условий теплопередачи, время охлаждения капли гранулы диаметром 2 мм должно составлять 4,89 сек., в наших условиях оно равнялось 1,5 сек., это указывает на значительные погрешности в приведенном выше теплотехническом расчете.

Эти погрешности связаны с рядом допущений, вызванных отсутствием необходимых точных данных по коэффициентам теплопроводности водных растворов аммиачной селитры и кристаллических модификаций, неточностью учета влияния фазовых переходов и, наконец, отсутствием данных по коэффициентам теплопередачи от поверхности капли-гранулы к воздуху. Ошибка, вызванная последней причиной, является, повидимому, наиболее существенной.

Выводы

1. Разработана лабораторная установка для получения гранулированной аммиачной селитры по методу разбрызгивания плава и охлаждения падающих капель в воздухе.

2. Выведено уравнение для вычисления минимальной высоты падения плава до поверхности дробления с целью превращения плава аммиачной селитры в капли.

3. Пользуясь данными аэродинамики, выведены количественные соотношения, наблюдаемые при падении капли-гранулы в воздухе. Вычислены скорость, время и высота падения капли-гранулы аммиачной селитры и показано, что при диаметре 2 мм капля-гранула будет преодолевать путь 7,5—12 м за 1,5—2 сек. с возрастанием скорости падения от 0 до 8,3 м/сек.

4. Разработанный метод расчета скорости и времени падения капли-гранулы в воздухе может быть полезным при конструировании различных вариаций лабораторной установки и заводских грануляционных башен.

5. Установка позволяет в лабораторных условиях получать гранулы как из чистой аммиачной селитры, так и из селитры с различными растворимыми и пылевидными неорганическими примесями. Гранулометрический состав селитры, полученный в лабораторных условиях, близок к гранулометрическому составу промышленных образцов этого вещества.

ЛИТЕРАТУРА

1. Курин Н. П. Изв. ТПИ т. 71, 25, 1952. Журн. Хим. пром., 5, 1, 1953. Журн. Хим. пром., 6, 1953.
2. Дубовицкий А. М. и Марголис Ф. Т. Журн. Хим. пром., 5, 136, 1947.
3. P. Miller и др. Ind. Eng. Chem. 38, 7, 709, 1946.
4. Касаткин А. Г. Основные процессы и аппараты химической технологии. Госхимиздат, 1950, стр. 120; часть II, 16, 1958.
5. Гребер Г. Введение в теорию теплопередачи. ГТИ, Москва, 1929.
6. Дубовицкий А. М. и Кильман Я. И. Технология аммиачной селитры. Госхимиздат, 1949.