

Procesy granulacji w Azotach Tarnów, granulacja mechaniczna SALETROSANU

Tomasz KOZIOŁ, Artur KOPEĆ, Daniel SZCZERBA – Zakłady Azotowe w Tarnowie-Mościcach S.A.

Prosimy cytować jako: CHEMIK 2012, 66, 10, 1057-1070

Wstęp

Zakłady Azotowe w Tarnowie-Mościcach SA to przedsiębiorstwo, w którym najdłużej w Polsce produkuje się nawozy azotowe. Znane są jako producent masowych nawozów azotowych jak saletra amonowa, saletrzak i siarczan amonu.

Do momentu uruchomienia nowoczesnej instalacji granulacji mechanicznej, Zakłady dysponowały technologią wieżową granulacji nawozów saletrzanych. Jest to jedna z najstarszych metod granulacji nawozów, która coraz bardziej przegrywa w konkurencji z granulacją mechaniczną bądź fluidalną. Produkt wytwarzany tą metodą (*prilling*) ma strukturę porowatą, charakteryzuje się małą średnicą granul, niską (w stosunku do innych metod granulacji) wytrzymałością mechaniczną.



Fot. 1. Granulacja wieżowa



Fot. 2. Granulacja mechaniczna

Granulacja mechaniczna nawozów – podstawowa technologia w modernizacji i rozwoju produkcji nawozów w Azotach Tarnów

W latach 90. XX w. w Azotach Tarnów prowadzono już analizy możliwości budowy nowego węzła granulacji nawozów w celu podniesienia jakości nawozów oraz modernizacji całego ciągu nawozowego. Analizowano różne metody granulacji: mechaniczną, fluidalną lub powiększanie granul z granulacji wieżowej.

Spośród kilku istniejących metod granulacji w modernizacji instalacji wybrano granulację mechaniczną. Główną przesłanką do wyboru technologii nowej granulacji była możliwość wytwarzania szerszego asortymentu nawozów o lepszych właściwościach mechanicznych niż produkty granulowane wieżowo. Uruchomienie granulacji mechanicznej w Azotach Tarnów pozwoliło na dostosowanie oferty do potrzeb nowoczesnych gospodarstw rolnych, nie tylko pod względem składu chemicznego, ale również rodzaju granulacji. Produkt z granulacji mechanicznej cechuje większa średnica granul oraz większa wytrzymałość mechaniczna.

Innym atutem wyboru tej technologii była możliwość rozszerzenia asortymentu o nawozy zawierające siarkę. W związku z coraz częściej występującymi niedoborami siarki w glebie, możliwość produkcji saletrosiarczanu amonu metodą granulacji mechanicznej była odpowiedzią na rosnące jej zapotrzebowanie.

Dodatkowym argumentem za uruchomieniem produkcji saletrosiarczanu amonu był fakt, że w Azotach Tarnów produkuje się duże ilości siarczanu amonu na bazie kaprolaktamu. Możliwość wytworzenia na jego bazie nawozu o dobrych właściwościach agrochemicznych wpływa na poprawę rentowności sprzedaży siarczanu amonu. Technologia granulacji mechanicznej dodatkowo umożliwia zagospodarowanie siarczanu amonu o drobnej granulacji, czyli o niższej jakości.

Przygotowanie inwestycji granulacji mechanicznej

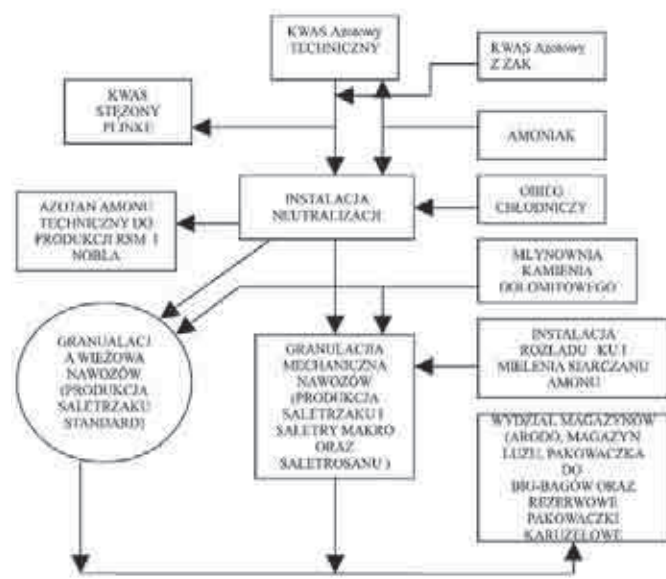
Projekt modernizacji produkcji nawozowej w Azotach Tarnów obejmował budowę instalacji granulacji mechanicznej, na której, oprócz produkcji nawozów saletrzanych (saletrzaku i saletry amonowej), będzie możliwość produkcji saletry amonowo-siarczanowej o zawartości 26%N i 13%S.

Neutralizacja i wstępne odparowanie roztworu azotanu amonowego pozostało w układzie dotychczasowym. Roztwór azotanu amonowego o koncentracji ok. 92%, potrzebny do granulacji mechanicznej, jest wytwarzany w dotychczasowej instalacji w węźle odparowania próżniowego i dostarczony ogrzewanym rurociągiem do nowego węzła granulacji.

Dzięki wykorzystaniu roztworu azotanu amonu o niższej koncentracji niż w granulacji wieżowej było możliwe wyłączenie z eksploatacji wyparki filmowej, co spowodowało zmniejszenie emisji NH_3 i NH_4NO_3 z instalacji saletrzaku.

Studium Wykonalności Projektu Budowy Instalacji Granulacji Mechanicznej Saletrosiarczanu Amonowego (ASN), Saletrzaku (CAN) i Saletry Amonowej (AN) było pierwszym etapem w trakcie projekto-

wania przedmiotowej inwestycji. Celem opracowania było określenie możliwości oraz wszelkich niezbędnych przedsięwzięć technicznych i technologicznych oraz nakładów finansowych, koniecznych do zrealizowania budowy i uruchomienia instalacji. Określono zdolności produkcyjne oraz dokonano wstępnego wyboru technologii wytwarzania oraz ustalono lokalizację nowej instalacji.



Rys. 1. Schemat blokowy rozmieszczenia instalacji mechanicznej granulacji nawozów w Azotach Tarnów

Proces technologiczny produkcji nawozów na granulacji mechanicznej

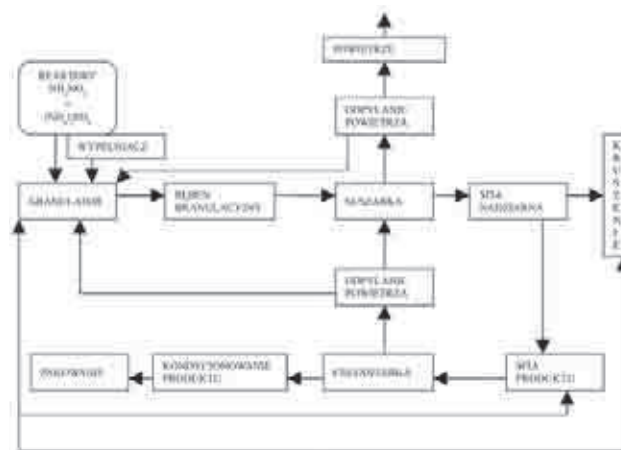
Ogólnie proces granulacji polega na przygotowaniu surowców, tworzeniu struktury granul (granulacja), suszeniu, sortowaniu, wyodrębnieniu, chłodzeniu i kondycjonowaniu produktu końcowego.

Etapy procesu:

- Doprowadzenie surowców
- Przygotowanie mieszanki surowcowej do produkcji saletrosanu
- Granulacja
- Suszenie granulatu i cyrkulacja powietrza
- Przesiewanie i kruszenie granulek
- Kondycjonowanie powietrza i chłodzenie produktu
- Oczyszczanie powietrza odlotowego z procesu i odpylanie urządzeń
- Doprowadzenie mediów energetycznych.

Stop azotanu amonu o odpowiednim stężeniu i temperaturze doprowadza się pompą do reaktorów pulpy. Drugim podstawowym surowcem podawanym do reaktorów jest siarczan amonu, odpowiednio wcześniej przygotowany na instalacji rozładunku i mielenia siarczanu amonu. Do produkcji saletrosanu używana jest również mączka dolomitowa, która jest pneumatycznie transportowana z instalacji młynowni do zbiornika mączki na granulacji mechanicznej. Przygotowanie mieszanki surowcowej do produkcji saletrosanu 26 makro w postaci pulpy polega na zmieszaniu roztworu stopu azotanu amonu z siarczanem w reaktorach. Doprowadzona do granulatora pulpa, wraz z zawrotem i mączką dolomitową, zostają ze sobą dokładnie wymieszane. Tworzenie się granulek nawozu zachodzi w wyniku mechanicznej pracy łopatek granulatora oraz przez nawarstwianie się pulpy i mączki dolomitowej na cząsteczkach nawrotu. Otrzymany wilgotny i gorący granulatkierowany jest do bębna granulacyjnego. W bębnie granulacyjnym zachodzi wykształtowanie i utwardzanie granulek. Następnie granulatkierowany jest do suszarki. W suszarce bębnowej zachodzi proces suszenia wilgotnych granulek nawozu za pomocą gorącego powietrza do zawartości wody poniżej 0,8% (m/m). Powietrze z suszarki (zawierające pył nawozu) kierowane jest do baterii cyklonów, gdzie następuje oddzielenie gazu od pyłu. Następnie granulatkierowany jest do prze-

nośnika kubłkowego, który podaje nawóz na stację sit. W operacji tej oddziela się granulki o grubości $2 \div 6$ mm od nad- i podziarna. Stacja sit podzielona jest na dwie jednakowe linie: sita nadziarna oddzielają nadziarno o średnicy powyżej 6 mm od strumienia produktu. Nadziarno podawane jest do młynów, gdzie ulega rozdrobieniu do średnicy poniżej 5 mm, a następnie przenośnikiem taśmowym zawrotu zawracane jest z powrotem do granulatora. Sita produktu oddzielają frakcje podziarna o średnicy poniżej 2 mm od produktu. Podziarno z sit podawane jest na przenośnik taśmowy zawrotu, który kieruje go z powrotem do granulatora. Gotowy produkt jest podawany taśmą do chłodziarki fluidalnej, gdzie schładzany jest suchym powietrzem do temperatury poniżej 30°C . Po wychłodzeniu produkt dostarczany jest do pudrownicy, w której jest natryskany środkiem antyzbrylającym. Produkt następnie transportowany jest do magazynu, w którym następuje jego sezonowanie przed dalszym konfekcjonowaniem.



Rys. 2. Schemat blokowy procesu produkcji nawozów metodą granulacji mechanicznej

Realizacja inwestycji

Celem inwestycji była budowa i uruchomienie instalacji mechanicznej granulacji nawozów o wydajności 1200 t/dobę, przystosowanej do produkcji nawozów saletrzanych, a w szczególności nawozów z dodatkiem siarki.

Wybrano najlepszą z najlepszych w Polsce technologię granulacji mechanicznej, jaką dysponowały, wdrożyły i udoskonalili Zakłady Azotowe Kędzierzyn. Podstawą do wdrożenia jej w Tarnowie była „Umowa o zakup licencji, opracowanie projektu bazowego, świadczenie usług technicznych i szkoleniowych dla instalacji mechanicznej granulacji nawozów saletrzanych oraz o współpracy przy udoskonalaniu i wdrożeniu technologii wytwarzania saletrosiarczanu amonowego” z dnia 10.09.2004, zawarta z Zakładami Azotowymi Kędzierzyn.

Projekt Bazowy na podstawie dokumentacji licencyjnej został opracowany przez Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej Białchownia Kędzierzyn Koźle.

Decyzję o realizacji zadania inwestycyjnego „Budowa Instalacji Mechanicznej Granulacji Nawozów” zatwierdziło Walne Zgromadzenie Spółki Zakłady Azotowe w Tarnowie-Mościcach SA w dniu 25.04.2005 r.

W maju 2006 r. został powołany Zespół Zadaniowy do realizacji projektu inwestycyjnego „Budowa i rozruch instalacji granulacji mechanicznej nawozów w Zakładach Azotowych SA”. Kierownikiem Projektu został Tomasz Koziol.

Projekt techniczny na bazie projektu procesowego realizowany był przez biuro projektowe BIPROZAT. Dokumentacje w branżach: budowlanych, montażowych, elektrycznych i AKP wykonywane były sukcesywnie w trakcie realizacji budowy.

Kompletacja dostaw urządzeń i aparatów realizowana była do końca 2007 r. Samodzielnie zakontraktowano prawie wszystkie aparaty i urządzenia instalacji głównej oraz urządzenia instalacji po-

mocniczych. Zwracano szczególną uwagę na jakość i wykonanie kluczowych urządzeń. Najważniejsze zakontraktowane urządzenie, to:

- granulator dwuwalowy, bęben granulacyjny, suszarka bębnowa
- chłodziarka fluidalna
- kruszarka, młyny nadziarna (2 szt.)
- wentylatory (5 szt.)
- podajnik kubelkowy
- układ segregacji – sita nadziarna i produktu
- filtr pyłów
- przenośniki taśmowe (3 szt.)
- system sterowania DCS
- pompy stopu azotanu amonu
- pompy amoniaku ciekłego
- wagi taśmowo dozujące
- przenośniki kubelkowe, ślimakowe.

Zakontraktowano w Zakładzie Budowy Aparatury Chemicznej w Tarnowie wykonanie 18 sztuk aparatów wchodzących w skład głównej instalacji. Najważniejsze z nich, to: baterie cyklonów, reaktory pulpy saletrosiarczanowej, podgrzewacze powietrza. W ZBACH wykonano też podgrzewacze powietrza do chłodziarki fluidalnej i suszarki bębnowej, zbiornik dodatków.

Dostawcą układu transportu pneumatycznego siarczanu amonu była firma Podlew z Warszawy.

Realizację robót budowlano-montażowych rozpoczęto w trzecim kwartale 2006 r. W pierwszej kolejności wykonano prace przygotowawcze dotyczące uzbrojenia terenu pod instalację główną. W drugim kwartale zlecono wykonanie fundamentów dla budynku głównego oraz suszarki bębnowej instalacji granulacji. Roboty zostały zlecone spółce ZWRI. Fundamenty zakończono w maju 2007 r.



Fot. 3. Wykonywanie fundamentów do budynku głównego i suszarki bębnowej



Fot. 4. Prace przygotowawcze dotyczące uzbrojenia terenu pod instalację główną

W miesiącach wrzesień – październik 2007 r. scalono i zamontowano najważniejsze urządzenie instalacji – suszarkę bębnową. Montażu dokonała spółka PROREM.



Fot. 5. Montaż urządzeń



Fot. 6. Montaż urządzeń

Montaż pozostałych aparatów i urządzeń wykonywano zgodnie z postępowaniem powstawania budynku instalacji. Równoległe z montażem aparatów firma STALBUD Tarnów Sp. z o.o. realizowała roboty budowlane budynku głównego C-120 i węzła rozładunku siarczanu. Zakres robót obejmował wykonanie budynku głównego, czyli konstrukcji szkieletu, konstrukcji żelbetowych, ogrzewania, wentylacji i klimatyzacji, instalacji wodno-kanalizacyjnej, węzła cieplnego oraz montaż urządzeń i aparatów technologicznych. Montaż orurowania instalacji wykonywały firmy ZWRI oraz PROREM.

Wykonanie instalacji elektrycznej realizowane było przez spółkę ELZAT, natomiast instalacje AKP oraz instalowanie systemu przez spółkę AUTOMATYKA.

Prace budowlane i montażowe zakończono pod koniec 2008 roku.



Fot. 7. Montaż aparatów urządzeń zgodnie z postępowaniem powstawania budynku instalacji

Dobór załogi, szkolenia prowadzony był w końcowym etapie budowy. Szkolenie praktyczne załogi przeprowadzono w Zakładach Azotowych Kędzierzyn.

Uruchomienie produkcji saletrzaku i saletry amonowej

Sprawdzenia mechaniczne maszyn i węzłów wykonano w październiku i listopadzie 2008 r. Sprawdzono i uruchomiono bez obciążenia wszystkie urządzenia. W październiku i listopadzie 2008 r. sprawdzono również węzły rurociągów i podłączono media.

Po zakończeniu rozruchów mechanicznych, w pierwszej połowie grudnia 2008 r. przystąpiono do próby kompleksowej instalacji głównej.

Komisja Bezpieczeństwa Technicznego w październiku 2008 r. dokonała oceny bezpieczeństwa i dopuściła instalację do prób kompleksowych.

Próby kompleksowe zakończono 30.12.2008 r. z wynikiem pozytywnym.

W dniu 19.12.2009 instalacja została poddana ocenie przez przedstawicieli Licencjodawcy – ZAK w celu potwierdzenia, że instalacja została wykonana zgodnie z projektem bazowym i wymaganiami procesu oraz podpisano Protokół Gotowości do Rozruchu.

W dniu 30.12.2008 Instalacja została przekazana do Rozruchu Technologicznego w Azotach Tarnów. Kierownikiem rozruchu technologicznego został Artur Kopec.

Rozruch technologiczny instalacji mechanicznej granulacji nawozów prowadzono w okresie od 3.01.2009 do 30.04.2009. Ruch podzielono na dwa etapy: Pierwszy etap – rozruch i ruch testowy produkcji saletrzaku 27 makro (CAN), drugi etap – rozruch i ruch testowy produkcji saletry amonowej 32 makro (AN).

W pierwszym okresie rozruchu uzyskano 156 ton produktu, który został złożony w magazynie jako wyrób pozagatunkowy. Należy nadmienić, że otrzymany podczas pierwszego rozruchu saletrzak charakteryzował się bardzo dobrą jakością, a został zakwalifikowany jako pozagatunkowy tylko ze względu na obniżoną zawartość azotu. Produkt pełnowartościowy uzyskano po raz pierwszy 19 stycznia 2009 r. Instalacja w okresie od 19 do 21 stycznia 2009 r. pracowała w sposób ciągły. Wyprodukowano wówczas w sumie 1 578 ton saletrzaku 27 makro. W okresie od 22 do 28 stycznia 2009 r. trwały prace w branżach: mechanicznej, elektrycznej i pomiarowej celem usunięcia wszystkich usterek ujawnionych podczas ruchu wstępnego.

Ruch testowy został przeprowadzony w dniach 9-12 lutego 2009 r. Instalacja pracowała na zmiennych obciążeniach od 90 – 105%. Wszystkie parametry technologiczne, wskaźniki zużycia surowców, mediów energetycznych oraz wskaźniki emisji do atmosfery zostały osiągnięte zgodnie z planem.

Tablica I

Parametry produktu

Lp.	Oznaczany parametr	Jednostka	Saletrzak 27 makro	Saletra 32 makro
1	Zaw. azotu całkowitego	%	26,85	31,8
2	Zaw. wilgoci	%	0,47	0,28
3	Zaw. Ca rozpuszczalnego w wodzie wp. CaO	%	2,7	1,8
4	Zaw. Ca całkowitego wp. CaO	%	7,1	2,5
5	Zaw. Mg wp. MgO	%	4,5	1,6
6	Uziarnienie (2 5 mm)	%	99,8	99,9
7	Twardość granulek	kG	6,5	6,7
8	Średnica granul	mm	3,6	4,2

W marcu 2009 r. przed rozpoczęciem właściwego ruchu testowego dla saletry amonowej wyprodukowano 82 tony produktu do badań. Pierwszą partię saletry amonowej poddano badaniom

jakościowym w Instytucie Nawozów Sztucznych w Puławach oraz w Instytucie Przemysłu Organicznego w Warszawie, na zgodność nawozu z wymaganiami Rozporządzenia (WE) Nr 2003/2003 Parlamentu i Rady z dnia 13 października 2003 r. w sprawie nawozów. Po uzyskaniu potwierdzenia przez jednostki akredytacyjne o jakości saletry w dniu 4 maja 2009 r. przystąpiono do 72-godzinnego ruchu testowego, który zakończono z wynikiem pozytywnym.



Fot. 8. Zdjęcia produktu: Saletrzak 27 makro



Fot. 9. Zdjęcia produktu: Saletra 32 makro

Pozwolenie Zintegrowane dla Instalacji Mechanicznej Granulacji Nawozów obejmującego emisję gazów i pyłów do powietrza uzyskano Decyzją Marszałka Województwa Małopolskiego w dniu 5 sierpnia 2009 r.

Opracowanie technologii produkcji saletrosiarczanu amonowego w Azotach Tarnów

Saletrosiarczan amonowy jest jednym z najstarszych nawozów sztucznych. Nazwa saletrosiarczan odnosi się do mieszaniny trzech związków: saletry amonowej NH_4NO_3 , siarczanu amonu $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ i soli podwójnej $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot x \text{NH}_4\text{NO}_3$.

Pierwsze badania związane z rozpoczęciem produkcji tego nawozu w Zakładach Azotowych w Tarnowie rozpoczęto w latach 70. XX w. W Zakładzie Badawczym Zakładów Azotowych w Tarnowie, pod nadzorem mgr. inż. Jana Turleja, przeprowadzona była doświadczalna produkcja przy użyciu instalacji badawczej. Uzyskany produkt badano i testowano jego właściwości fizyczne. Wyniki badań zostały opublikowane w *Przemśle Chemicznym* 55/12 (1976). W kolejnych latach w celu poznania właściwości soli podwójnych układu $\text{NH}_4\text{NO}_3 - (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 - \text{H}_2\text{O}$ prowadzono dalsze badania, które również opublikowano w miesięczniku *Przemysł Chemiczny* 1981, 7-8, 60. Autorami pracy byli Jan Turlej i Tadeusz Pieniążek.

W kolejnych latach Zakłady nadal poszukiwały możliwości wytworzenia nawozu na bazie siarczanu amonu z ciągu kaprolaktamu o dobrych właściwościach agrochemicznych. Jedną z takich możliwości jest wytworzenie saletry amonowo-siarczanowej (ASN). Warunkiem uruchomienia produkcji tego rodzaju nawozu była budowa nowego węzła granulacji, gdyż istniejąca granulacja wieżowa nie jest przystosowana do produkcji saletry amonowo-siarczanowej. Wraz z realizacją inwestycji budowy

granulacji mechanicznej przystąpiono do opracowania technologii. Został powołany zespół specjalistów z Zakładów Azotowych w Tarnowie i ZAK, którego celem było opracowanie technologii. Zespołem kierował Andrzej Ochał.

W ZA Kędzierzyn w dniach 15-16.09.2004 r. przeprowadzono próbną produkcję saletrosiarczanu amonu. Celem prób było sprawdzenie możliwości granulacji mieszaniny azotanu amonu i siarczanu amonu w istniejącym granulatorze. W wyniku prób uzyskano niezbędne dane i założenia do zaprojektowania węzła przygotowania pulpy azotanu amonu i siarczanu amonu, o który rozbudowano właściwą instalację.

Dodatkowe dane laboratoryjne dotyczące przygotowania mieszanki surowcowej do produkcji saletrosiarczanu w instalacji granulacji mechanicznej zostały przygotowane przez Politechnikę Wrocławską w pracy, której autorem był dr inż. Andrzej Biskupski. W badaniach określono warunki uzyskania odpowiedniej płynności mieszanki surowców oraz podstawowe parametry, takie jak: wymagana temperatura mieszaniny reagentów w mieszalnikach, minimalny czas przebywania mieszaniny w reaktorach, wymiar cząstek siarczanu amonowego (granulacja) i jego temperatura, wymiar cząstek mączki dolomitowej (granulacja) i jej temperatura.

Wykonano również ocenę jakości krystalicznego siarczanu amonowego pod kątem przydatności do produkcji saltrosiarczanu amonowego. Badania były wykonane przez dr inż. Andrzeja Biskupskiego na Politechnice Wrocławskiej.

Podsumowaniem działań specjalistów Zakładów Azotowych w Tarnowie i ZAK było Zgłoszenie Patentowe P-380727 pt. „Sposób wytwarzania saletrosiarczanu amonowego” Projekt został zgłoszony do Urzędu Patentowego RP w dniu 2.10.2006 r. Decyzją Urzędu, w dniu 24.06.2010 r. został przyznany patent na ten proces. Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania saletrosiarczanu amonowego z roztworu azotanu amonu, krystalicznego lub zmielonego siarczanu amonu i dolomitu w ciągłym procesie produkcyjnym, gdzie produkt końcowy otrzymuje się metodą granulacji mechanicznej z etapem wydzielenia na sitach frakcji właściwej, którą chłodzi się i kondycjonuje, a oddzielone podziarno i rozkruszone nadziarno zawraca się do procesu granulacji, przy czym reakcja tworzenia soli podwójnej przebiega w wielostopniowym układzie reakcyjnym, składającym się z węzła mieszania i wielostopniowego układu granulacyjnego.

Wdrożenie produkcji nowego nawozu saletrosiarczanu amonowego SALETROSAN

Po zakończeniu rozruchu instalacji granulacji mechanicznej na produktach saletrzak makro 27 (CAN) i saletra amonowa (AN), przystąpiono do wdrożenia produkcji trzeciego produktu saletrosiarczanu amonu o nazwie handlowej Saletrosan. Produkcja tego nawozu przebiega przy użyciu dwóch dodatkowych węzłów technologicznych: węzła przygotowania siarczanu amonu oraz węzła mieszania siarczanu amonu z azotanem amonu i mączką dolomitową.

Próby kompleksowe dodatkowych węzłów technologicznych wykonano w kwietniu 2009 r. z wynikiem pozytywnym.

Pierwszą produkcję Saletrosanu prowadzono w czerwcu 2009 r. w sposób szarżowy przy użyciu jednego z reaktorów, dla sprawdzenia parametrów granulacji nowego nawozu. W wyniku kilkugodzinnej pracy otrzymano ok. 21 ton produktu o zawartości 27% azotu i ok. 6% siarki.

Po raz pierwszy przystąpiono do produkcji w sposób ciągły w dniu 4.06.2009 r. W trakcie kilkunastogodzinnej pracy instalacji otrzymano produkt o zawartości siarki ok. 10 %. Celem tych prób było sprawdzenie działania reaktora-mieszalnika oraz zdolności do granulacji pulpy saletro siarczanowej, składającej się z mieszaniny stopu azotanu amonu, zmielonego siarczanu amonu oraz mączki dolomitowej.

Instalacja pracowała niestabilnie, na co wpływ miały ujawniające się problemy mechaniczne związane z płynnym transportem pneumatycznym mączki siarczanowej. Problemy występowały również z zawieszaniem się zmielonego siarczanu amonu w zbiornikach magazynowych.

Rozruch zakończył się wyłączeniem awaryjnym instalacji z powodu zatkania się zesypu pulpy z granulatora do bębna granulacyjnego. W związku z nieudaną próbną produkcją, podjęto szereg zmian projektowych, zarówno w węźle przygotowania pulpy saletrosiarczanowej jak i w węźle podawania i rozdrabiania siarczanu amonu. Zakres prac obejmował m.in. montaż dodatkowych dysz udrażniających zsypy siarczanu amonu ze zbiorników, montaż dodatkowego układu zabezpieczenia przed wzrostem temperatury w reaktorach, zmiany geometrii mieszadeł reaktora, zmiany w układzie odpylania instalacji.

Stwierdzono również, że ważnym elementem technologicznym procesu jest odpowiednie prowadzenie mieszania siarczanu amonu z azotanem amonu i mączką dolomitową. W związku z tym, w celu optymalizacji tego węzła technologicznego, podjęto współpracę z Instytutem Techniki Górniczej w celu wykonania analizy wariantowej procesu mieszania, dzięki której dobrano najbardziej optymalną geometrię mieszadeł.

Po wykonaniu zmian i poprawek na instalacji przystąpiono ponownie do rozruchu technologicznego w dniu 5.08.2009 r. Instalacja pracowała stabilnie przez kilkanaście godzin. Wykonane prace znacząco poprawiły warunki prowadzenia procesu, zwłaszcza w zakresie utrzymania parametrów technologicznych przygotowania pulpy w reaktorach. W wyniku prowadzonego rozruchu otrzymano ok. 200 ton nawozu o zawartości ok. 27% N i zawartości siarki blisko 11%. W okresie od 17 do 21 sierpnia 2009 r. instalacja pracowała w sposób ciągły na obciążeniu ok. 25 t/h. Produkt uzyskiwał odpowiedni skład, jednak produkcję wyłączono ze względu na wysoką skłonność nawozu do zbrylania się.



Fot. 10. Saletrosan 26 makro – pełnowartościowy



Fot. 11. Wysoka skłonność do zbrylania

Doświadczenia eksploatacyjne i doskonalenie produktu SALETROSAN

Po uzyskaniu pierwszej produkcji najważniejszym zadaniem była pilna konieczność wyjaśnienia przyczyn niekorzystnego zjawiska, jakim jest silna skłonność do zbrylania nawozu, zabezpieczonego środkiem antyzbrylającym, stosowanym dotychczasowo dla starego produktu, tj. dla saletrzaku standard.

W celu przeciwdziałaniu temu zjawisku podjęto działania w dwóch kierunkach: dobór środka antyzbrylającego, który w pełni zabezpieczy produkt przed zbrzyleniem oraz badania produktu w celu określenia przyczyn skłonności do zbrzylenia i zapobieganiu temu zjawisku.

Dobór środka antyzbrylającego

Przeprowadzono szereg prób technologicznych doboru środków antyzbrylających, oferowanych przez dostawców stosowanych w tego typu nawozów. W ciągu dwóch lat od uruchomienia przetestowano 14 środków antyzbrylających. Najbardziej skutecznym okazał się środek o symbolu A-PN3/1, który w pełni zabezpiecza produkt przed zbrzyleniem.

Na fotografiach zobrazowano skuteczność działania różnych środków antyzbrylających.



Fot. 12. Skuteczność działania najlepszego środka antyzbrylającego A-PN-3/1

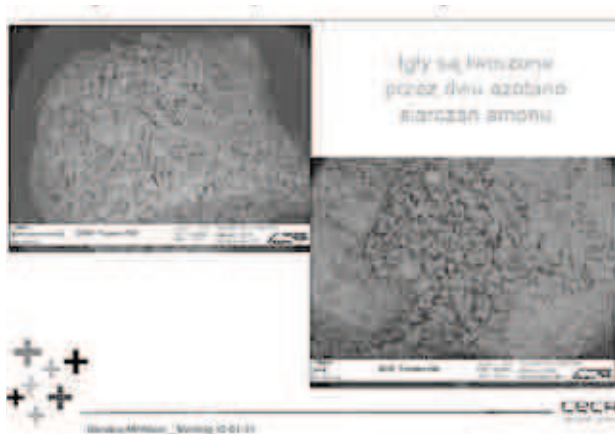


Fot. 13. Zdjęcia sypkiego produktu: wysypanego z samochodu i opakowania typu bigbag

Badania właściwości granul produktu

W celu poznania przyczyn skłonności do zbrzylenia przeprowadzono szereg badań właściwości fizykochemicznych saletrosiarczanu amonu.

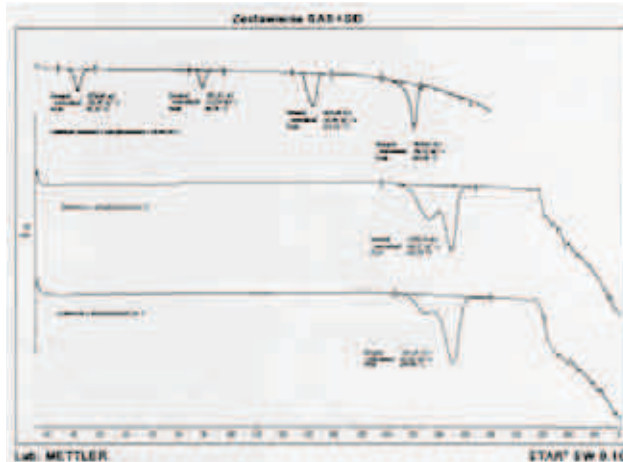
1. Dla określenia struktury granul badano produkt w mikroskopii elektronowej:



Rys. 3. Obrazy z mikroskopii elektronowej

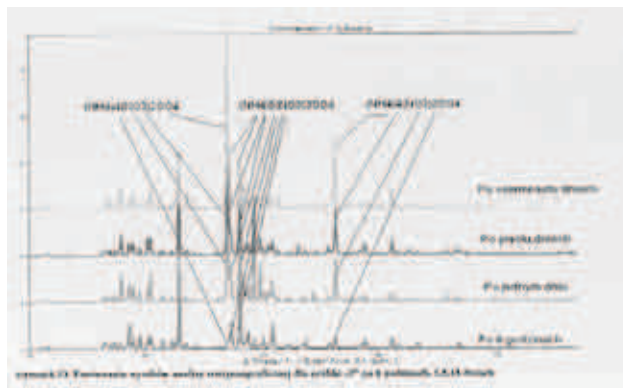
Na powierzchni granul można zaobserwować kryształy w postaci igieł, które zinterpretowano jako mieszaninę soli podwójnej i potrójnej azotanu amonu i siarczanu amonu $2\text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot \text{x}(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$, $3\text{NH}_4\text{NO}_3 \cdot \text{x}(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$.

2. Stopień przereagowania siarczanu amonu i azotanu amonu oceniano porównując analizy DCS saletrosanu i saletrzaku: nie stwierdzono w próbkach saletrosanu żadnych zmian, co świadczy o braku obecności wolnego azotanu amonu w momencie badania próbki.



Rys. 4. Porównanie analizy DSC saletrosanu i saletrzaku

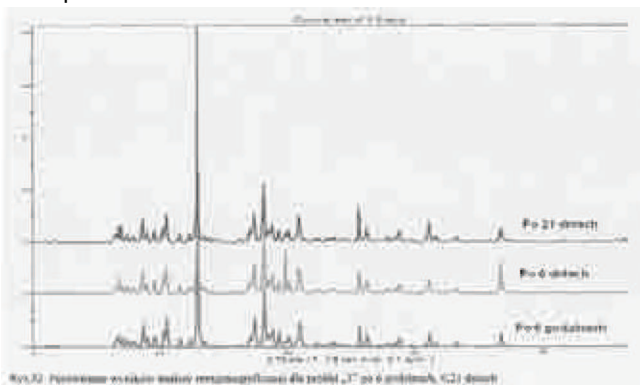
3. Wykonano analizy rentgenowskie granul saletrosanu: wyjaśniono przyczynę konieczności leżakowania produktu z powodu dużej skłonności do zbrzylenia świeżego produktu. Badania wykonał dr inż. Sylwester Żelazny na Politechnice Krakowskiej.



Rys. 5. Rentgenogram zmian w składzie fazowym próbki

Rentgenogramy pokazują zmiany w składzie fazowym próbki po jednym dniu, pięciu dniach i osiemnastu dniach od momentu wyprodukowania, co świadczy, że bezpośrednio po wyprodukowaniu zachodziły zmiany krystalograficzne w granulach.

Wyniki te wykorzystano do dalszych modyfikacji technologii wytwarzania nawozu. Wyszpecyfikowano kilka formuł środków wpływających na stabilizację granul. Są to dodatki do stopu azotanu amonu, które wpływają na szybkość zmian krystalizacyjnych. Najlepsze efekty uzyskał środek B-PN-3/1. Działania dodatku zaobserwowano, badając próbkę nawozu z dodatkiem na rentgenie oraz zauważono poprawę jakości produktu.



Rys. 6. Porównanie wyników analizy rentgenograficznej dla próbek po 6 godzinach, 6, 21 dniach

Rentgenogram nie wykazuje zmian w składzie fazowym próbki wyprodukowanej z dodatkiem B-PN-3/I.

Ocena efektywności i korzyści stosowania nawozu saletrosanu (ASN) w rolnictwie w uprawach szczególnie narażonych na niedobór siarki w glebie

Azoty Tarnów współpracują z Uniwersytetem Rolniczym w Krakowie, gdzie prowadzono badania nad wpływem Saletrosanu na wielkość plonów kukurydzy, a także cech jakościowych ziarna. Badania były prowadzone w cyklu trzyletnim w stacji doświadczalnej Katedry Agrotechniki i Ekologii Rolniczej w Krakowie.

Wnioski badań wskazują, że w obiektach, gdzie stosowany był Saletrosan 26 makro odnotowano najwyższe plony kukurydzy, wyższe o 10 do 20% w stosunku do obiektów, gdzie wysiewano tylko nawozy azotowe bez siarki.

Prowadzone są również podobne badania korzyści stosowania nawozu ASN w uprawach pszenicy ozimej i rzepaku ozimego. Badania prowadzi się w okresie trzyletnim, nie są jeszcze zakończone, dlatego nie można publikować wyników. Badania są prowadzone przez zespół prof. dr hab. inż. Barbara Filipek-Mazur, Uniwersytet Rolniczy w Krakowie.

Podsumowanie

Realizacja inwestycji „Budowa i Rozruch Instalacji Mechanicznej Nawozów” w Tarnowie umocniła pozycję Azotów Tarnów jako producenta nawozów saletrzanych w Polsce. Posiadanie technologii granulacji mechanicznej umożliwiło wdrożenie do produkcji nowego nawozu z wysoką zawartością siarki. Od momentu uruchomienia produkcji w drugiej połowie 2009 r. instalacja pracowała na maksymalnych obciążeniach, do dnia dzisiejszego wyprodukowano i sprzedano ok. 480 tys. t saletrosanu. Trwają prace nad ciągłym doskonaleniem produktu. Przedstawione fakty świadczą, że nowy nawóz został dobrze przyjęty przez rynek.

Mgr inż. Tomasz KOZIOŁ jest absolwentem Wydziału Inżynierii i Technologii Chemicznej Politechniki Krakowskiej (1992). Ukończył Studia Podyplomowe „Bezpieczeństwo Procesów Przemysłowych” na Politechnice Łódzkiej (1998). Pracuje w Zakładach Azotowych w Tarnowie-Mościcach SA. Obecnie jako dyrektor produkcji Zakładu Nawozów w Tarnowie.

Jest współautorem patentów w zakresie wytwarzania nawozów: „Sposób wytwarzania nawozu zawierającego azotan amonu i bor”, PL187029; „Sposób wytwarzania saletrosiarczanu amowego”, P 380727, oraz w zakresie oczyszczania kondensatów procesowych zawierających azotan amonu: Deutschen Patent „Verfahren zur Trennung von ammoniumnitrat-haltigem Kondensat-Abwasser in zwei wiederverwendbare flüssige Anteile”, Akt. 199 01 571.6.

Mgr inż. Artur KOPEĆ jest absolwentem Wydziału Chemicznego Politechniki Wrocławskiej (2002), studium menedżerskiego organizowanego przez Rudzką Agencję Rozwoju i Training Partners (2008) oraz studiów podyplomowych z zakresu przedsiębiorczości prowadzonych przez Uniwersytet Ekonomiczny w Krakowie i Krakowską Szkołę Biznesu (2008). W 2010 r. ukończył kurs dla członków rad nadzorczych spółek Skarbu Państwa. Pracuje w Zakładach Azotowych w Tarnowie-Mościcach SA od 2003 r. Jako kierownik rozruchu brał udział w uruchamianiu nowych instalacji w Tarnowie, m.in. granulacji mechanicznej nawozów oraz instalacji produkcji wodoru. Jest współautorem patentu technologii wytwarzania saletrosiarczanu amonu. Obecnie kierownik Wydziału Amoniak i jednocześnie członek zarządu Grupy Kapitałowej Azoty Tarnów.

Mgr inż. Daniel SZCZERBA jest absolwentem Wydziału Inżynierii Materiałowej i Ceramiki Akademii Górniczo-Hutniczej (2009). Jako sterowniczy brał udział w uruchomieniu instalacji granulacji mechanicznej nawozów. Pracuje w Zakładach Azotowych w Tarnowie-Mościcach SA, obecnie jako samodzielny technolog na Wydziale Nawozów.



Podczas Targów ExpoLAB'2012

- **Strefa „LAB dla Przemysłu”** – umożliwia transfer wiedzy i rozwój istniejących sieci współpracy pomiędzy sferą badawczo-rozwojową a przedsiębiorstwami. Udział w niej biorą najważniejsze uczelnie, instytuty, centra innowacji i transferu technologii oraz parki technologiczne.
- **Spektakl Mikroskopii**, w trakcie którego, prócz wykładów poświęconych różnego rodzaju mikroskopom, można będzie sprawdzić działanie sprzętu w praktyce
- **Laboratorium w praktyce**, czyli co nowego podczas Targów

24 października 2012 r.

- **Konferencja HYDROINTEGRACJE 2012** (Górnośląskie Przedsiębiorstwo Wodociągów, Śląski Klaster Wodny i Górnośląska Agencja Przekształceń Przedsiębiorstw)
- **Konferencja Gospodarka Odpadami** – stan obecny i przyszłość nowego systemu (Śląski Związek Gmin i Powiatów)

25 października 2012 r.

- **Trendy i nowości w oprogramowaniu klasy LIMS** wspomagającym pracę laboratoriów, działów badawczo-rozwojowych i kontroli jakości. (CSMS – Consulting & Software)
- **Konferencja MELIOINTEGRACJE** (Śląski Zarząd Melioracji i Urządzeń Wodnych)

ExpoLAB to jedyne Targi w Polsce, gdzie w tym samym miejscu i czasie mają Państwo jednocześnie dostęp do odbiorców z branż: laboratoryjnej, wodociągowo-kanalizacyjnej, gospodarki odpadami, recyklingu i technik komunalnych oraz melioracji i urządzeń wodnych, infrastruktury i urządzeń przeciwpowodziowych.

Kontakt

Agnieszka Miklas

tel. 32 78 87 519, fax 32 78 87 522

expolab@exposilesia.pl

Expo Silesia Sp. z o.o.

ul. Braci Mieroszewskich 124, 41-219 Sosnowiec

www.exposilesia.pl