

Badania procesu granulacji talerzowej w układzie ciągłym

Tadeusz GLUBA – Wydział Inżynierii Procesowej i Ochrony Środowiska, Politechnika Łódzka

Prosimy cytować jako: CHEMIK 2012, 66, 5, 360-369

Wprowadzenie

Granulacja, określana również jako aglomeracja, peletyzacja, grudkowanie, jest procesem łączenia drobnych cząstek, takich jak pyły, proszki w większe agregaty (granule) o określonej wytrzymałości mechanicznej, w których nadal można jeszcze wyróżnić początkowe (wyjściowe) ziarna materiału. Aglomeracja drobnych ziaren ciała stałego w większe skupiska następuje wskutek fizycznych lub chemicznych mechanizmów łączenia.

W procesie mokrej granulacji, na cząstki podlegające mieszaniu (w bębnoch przesypowych, talerzach, złożu fluidalnym, mikserach szybkoobrotowych itp.) natryskiwana jest ciecz wiążąca, która łączy ziarna ze sobą za pomocą kombinacji sił kapilarnych i lepkościowych. Silniejsze wiązania międzyziarnowe mogą być utworzone podczas dalszych operacji, takich jak suszenie, spiekanie.

Granulacja znajduje szerokie zastosowanie w wielu gałęziach przemysłu włączając przeróbkę minerałów, produkty rolne, detergenty, farmaceutyki, środki spożywcze, a także różnego rodzaju substancje chemiczne. W przemyśle chemicznym, szacuje się, że 60% produktów jest wytwarzana w postaci proszkowej bądź pylistej, a dalsze 20% stosuje dodatki w takiej postaci. Granulacja jest kluczowym etapem wytwarzania bądź przetwarzania produktów w wielu tych gałęziach. Niewłaściwie przeprowadzona granulacja, dająca produkt o niewłaściwych parametrach, może stwarzać znaczne problemy w kolejnych procesach przetwarzania (zbrylanie, segregacja, tabletkowanie), a także utrudniać stosowanie produktu końcowego.

Jednym z często stosowanych sposobów aglomerowania jest becznieniowa granulacja aglomeracyjna realizowana w obrotowych talerzach o przesypowym charakterze ruchu wsadu. Metoda ta jest atrakcyjna ekonomicznie z uwagi na stosunkowo niskie nakłady inwestycyjne i eksploatacyjne. Przetworzenie postaci proszkowej bądź pylistej w granulaty dla większości materiałów wymaga dostarczenia do granulowanego wsadu odpowiedniej ilości cieczy zwilżającej lub wiążącej. Zasadnicze znaczenie na przebieg procesu granulacji, a w konsekwencji na właściwości otrzymanego produktu, mają zjawiska i przemiany zachodzące na granicy faz mediów uczestniczących w ruchu przesypowym nawilżonego złoża materiału.

Mechanizmy decydujące o powstawaniu zarodków i wzroście aglomeratów zależą od właściwości obu mediów biorących udział w procesie, a także od parametrów konstrukcyjnych urządzenia i warunków prowadzenia procesu [1 ÷ 5].

Badania warunków granulacji talerzowej prezentowane w literaturze, dotyczą m. in. kinetyki procesu [6, 7] oraz zagadnień związanych z cyrkulacją granulowanego wsadu na talerzu i jego dynamiką [8, 9]. Prace te wiążą się jednak głównie z badaniami prowadzonymi w układzie periodycznym.

Granulacja talerzowa w układzie ciągłym znajduje szerokie zastosowanie w warunkach przemysłowych, natomiast rzadko prowadzone są w takim układzie badania laboratoryjne. Rzutuje to na ograniczoną liczbę publikacji dotyczących badań w tym zakresie [10 ÷ 12].

Wyniki badań procesu ciągłej granulacji talerzowej, przeprowadzonych w ramach niniejszej pracy pozwolą lepiej poznać wpływ niektórych parametrów procesu ciągłego na przebieg granulacji i właściwości wytworzonego produktu.

Cel pracy

Celem pracy była ocena wpływu wybranych parametrów procesowo-aparaturowych: natężenia dozowania materiału drobnoziarnistego do granulatora, kąta pochylenia osi talerza oraz prędkości obrotowej granulatora, na przebieg procesu ciągłej granulacji talerzowej oraz właściwości otrzymanego produktu.

Materiały, aparatura i metodyka badań

Jako modelowy materiał drobnoziarnisty zastosowano bentonit odlewniczy z Zakładów „ZĘBIEC”, o następujących właściwościach fizycznych:

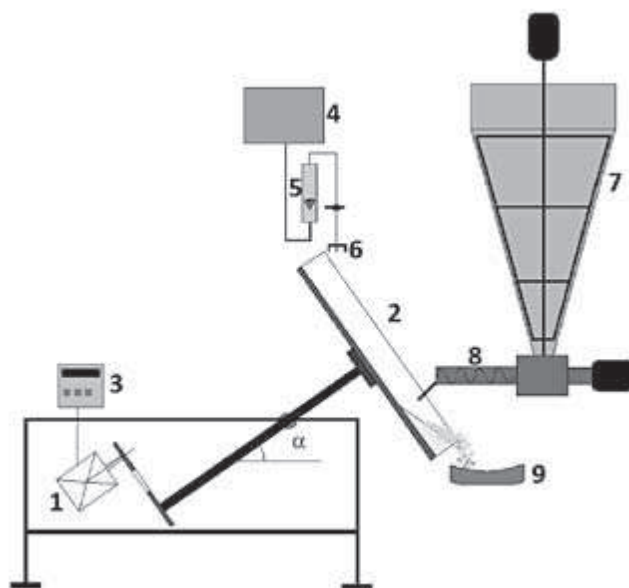
- wymiary ziaren $0 \div 0,16$ mm
- średni wymiar ziarna $d = 0,056$ mm
- gęstość nasypowa $\rho_n = 789,5$ kg/m³
- gęstość $\rho = 2420$ kg/m³.

Do nawilżania złoża w trakcie procesu użyto wody destylowanej.

Badania granulacji przeprowadzono na aparaturze, której schemat przedstawiono na Rysunku 1.

Motoreduktor (1) poprzez przekładnię pasową napędzał wał, na którym zamocowany był talerz granulatora (2). Prędkość obrotową talerza regulowano za pomocą falownika (3) i ustalano przy użyciu obrotomierza.

Ciecz zwilżającą (wodę) dostarczano kroplowo na ruchome złożo ziarniste znajdujące się na talerzu ze zbiornika (4), za pomocą układu hydraulicznego zakończonego zraszaczem (6). Stałe natężenie dopływu cieczy ustalano za pomocą rotametr (5). Aby zapewnić jednokowe warunki nawilżania przy zmiennym natężeniu podawania cieczy zwilżającej (krople jednakowej wielkości), zastosowano różną liczbę dysz wylotowych zraszacza (2, 3 i 4), proporcjonalnie do natężenia dozowania materiału drobnoziarnistego (surowca).



Rys. 1. Schemat aparatury badawczej
1 – motoreduktor, 2 – talerz granulatora, 3 – falownik, 4 – zbiornik na ciecz wiążącą, 5 – rotametr, 6 – zraszacz, 7 – zbiornik podajnikowy proszku, 8 – podajnik ślimakowy, 9 – pojemnik na produkt

Materiał drobnziarnisty dostarczano do granulatora za pomocą dozownika proszku DSK-10p, produkcji Zakładu Budowy Maszyn „Hydrapress” SA. Urządzenie to zapewniało płynną regulację wydajności masowej podawanego proszku w zakresie do 150 kg/h. Dozownik składał się ze zbiornika (7), w którym surowiec był mieszany za pomocą wbudowanego mieszadła oraz przenośnika ślimakowego (8) o płynnej regulacji prędkości obrotowej.

Wytworzony produkt (mokry granulat), przesypany się przez obrzeże talerza, odbierano do pojemnika (9).

Przeprowadzono badania wstępne mające na celu ustalenie warunków prowadzenia badań i doboru zakresu zmienności stosowanych parametrów. W ich wyniku ustalono następujące wartości parametrów zmiennych:

- kąt nachylenia osi talerza do poziomu $\alpha = 37^\circ, 45^\circ$ i 53°
- prędkość obrotowa talerza $n = (0,15 \div 0,30)n_{kr}$

gdzie prędkość krytyczna:

$$n_{kr} = \frac{0,705}{\sqrt{D}} \sqrt{\sin(90 - \alpha)} \quad (1)$$

D – średnica wewnętrzna talerza, m

- natężenie dozowania materiału proszkowego do granulatora $Q = 0,136 \div 0,272$ g/min.

Prędkości obrotowe stosowane dla poszczególnych kątów nachylenia talerza zestawiono w Tablicy 1.

Tablica 1

Prędkości obrotowe talerza

Lp.	Kąt nachylenia talerza $\alpha, ^\circ$	Prędkość krytyczna n_{kr} , obr/min	Stosunek prędkości do prędkości krytycznej n/n_{kr}	Prędkość obrotowa talerza n , obr/min
1	37°	53,5	0,15	8
2			0,2	10,7
3			0,3	16
4	45°	50,3	0,15	7,5
5			0,2	10
6			0,3	15
7	53°	46,5	0,15	7
8			0,2	9,3
9			0,3	13,9

Badania procesu ciągłej granulacji talerzowej wykonano przy następujących parametrach stałych:

- średnica talerza $D = 0,5$ m
- wysokość obrzeża talerza $H = 0,1$ m
- stosunek natężenia podawania cieczy zwilżającej do natężenia podawania materiału proszkowego $Q_w/Q = 0,4$
- miejsce dozowania materiału drobnziarnistego i cieczy wiążącej.

Zmienne parametry procesowe stosowane w poszczególnych próbach zestawiono w Tablicy 2.

Parametry stosowane podczas badań

Nr próby	Kąt pochylenia $\alpha, ^\circ$	Natężenie dozowania materiału Q , g/min	Stosunek prędkości do prędkości krytycznej n/n_{kr}
1	45°	272	0,2
2			0,3
3			0,15
4		136	0,3
5			0,2
6			0,15
7			0,15
8	204	0,2	
9		0,3	
10		0,2	
11	37°	204	0,3
12			0,15
13			0,15
14		136	0,2
15			0,3
16			0,2
17			0,3
18	272	0,15	
19		204	0,3
20			0,15
21	0,2		
22	53°	272	0,3
23			0,15
24			0,2
25		136	0,3
26			0,15
27			0,2

Na początku każdej próby do talerza dostarczano ustaloną podczas badań wstępnych masę materiału proszkowego, odpowiadającą wypełnieniu, przy którym surowiec nie wysypywał się z talerza podczas jego ruchu obrotowego. Następnie włączano napęd granulatora i przy ustalonej prędkości obrotowej talerza rozpoczynano dozowanie wody na przesypany się złoż. Nawilżanie wsadu w tym etapie trwało do chwili, gdy masa dostarczonej wody wyniosła 40% masy materiału proszkowego. Po osiągnięciu założonej wilgotności wsadu uruchomiono dodatkowo dozownik materiału drobnziarnistego. W tym etapie podawano jednocześnie materiał sypki i ciecz wiążącą, utrzymując stałą proporcję masy cieczy do masy surowca równą 0,4.

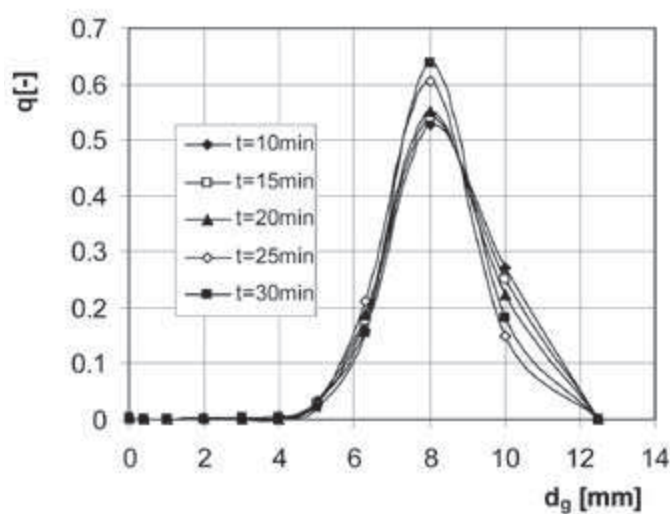
W okresie wstępnego nawilżania granulowany wsad zmniejszał nieco swoją objętość w wyniku zagęszczania struktury granul, co powodowało, że mimo dostarczania surowca proszkowego i cieczy w sposób ciągły, granulat zaczynał przesypywać się przez obrzeże talerza dopiero po pewnym czasie. W określonych odstępach czasu pobierano przez 1 min próbki produktu opuszczającego talerz. Proces prowadzono do momentu, gdy kolejne pobrane próbki nie różniły się znacząco od siebie, zarówno w odniesieniu do masy jak i składu ziarnowego.

Każdą próbkę rozdzielano na mokro na frakcje rozmiarowe na zestawie sit o rozmiarach oczek: 0,4, 1, 2, 3, 4, 5, 6,3, 8, 10 i 12,5 mm. Poszczególne frakcje rozmiarowe ważono za pomocą wagi laboratoryjnej z dokładnością 0,01 g, a następnie suszono w suszarce laboratoryjnej w temperaturze 95°C przez 24 h. Na podstawie bilansu masy przed i po suszeniu określano wilgotność poszczególnych frakcji rozmiarowych danej próbki produktu. Analizie sitowej poddawano również granulowany wsad pozostający na talerzu po zakończeniu procesu.

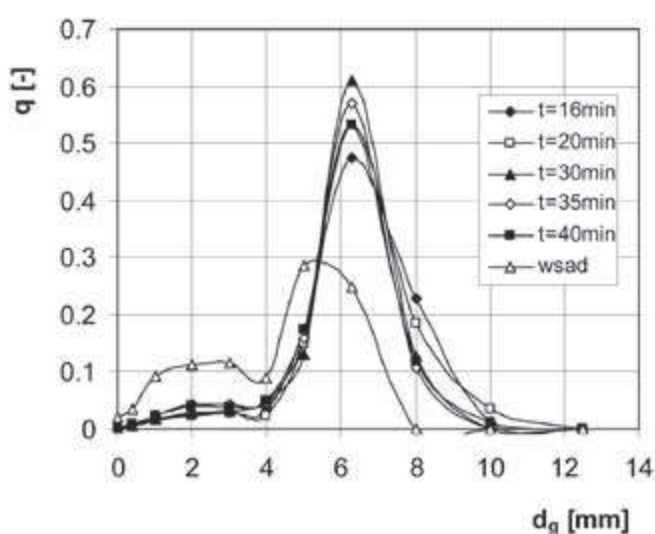
Wyniki

Na podstawie uzyskanych wyników badań dokonano analizy wpływu badanych parametrów na przebieg procesu granulacji ciągłej oraz na właściwości wytwarzanego produktu.

Na Rysunkach 2÷4 przedstawiono przykładowo składy granulometryczne próbek produktu otrzymanego po różnych czasach trwania procesu ciągłego, liczonych od momentu rozpoczęcia ciągłego dozowania materiału drobnoziarnistego, przy różnych wartościach parametrów aparaturowo-procesowych.

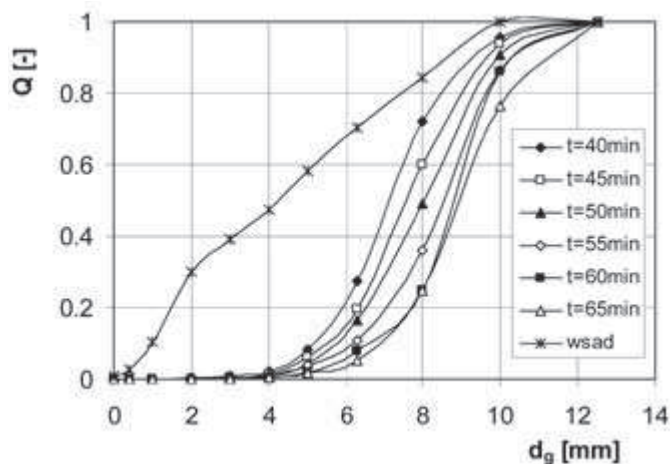


Rys. 2. Porównanie składów granulometrycznych produktu dla różnych czasów trwania procesu ($\alpha = 45^\circ$, $n = 0,3n_{kr}$, $Q = 272$ g/min)



Rys. 3. Porównanie składów granulometrycznych produktu dla różnych czasów trwania procesu ($\alpha = 37^\circ$, $n = 0,2n_{kr}$, $Q = 136$ g/min)

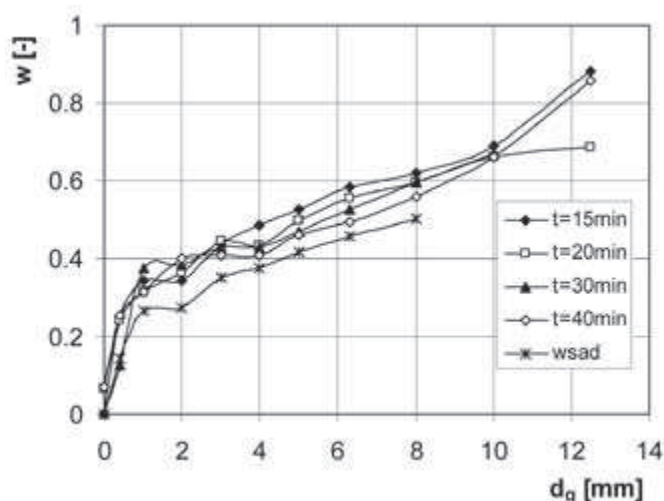
Na Rysunkach 3 i 4 przedstawiono dodatkowo porównanie składów granulometrycznych produktu otrzymanego po określonym czasie trwania procesu i wsadu pozostającego w talerzu po odebraniu ostatniej próbki.



Rys. 4. Porównanie sumarycznych składów granulometrycznych produktu dla różnych czasów trwania procesu ($\alpha = 53^\circ$, $n = 0,15n_{kr}$, $Q = 136$ g/min)

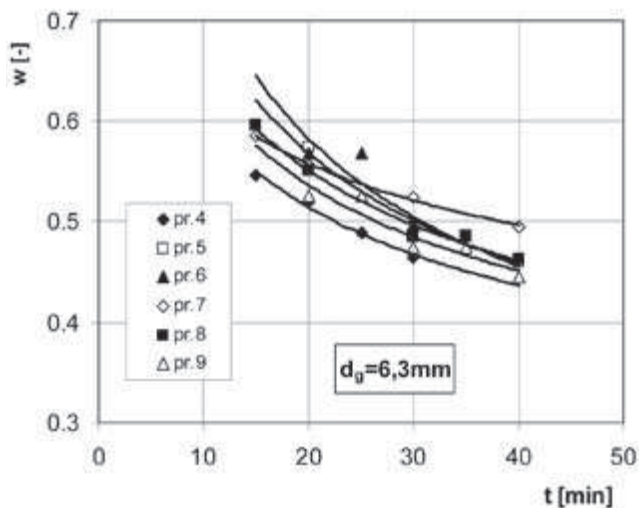
Z Rysunków 3 i 4 wynika, że skład granulometryczny złoża, które pozostaje w granulatorze po zakończeniu procesu wyraźnie odbiega od składu ziarnowego produktu opuszczającego talerz w czasie trwania procesu ciągłego. W złożu przeważają cząstki znacznie mniejsze od granul opuszczających talerz w trakcie procesu ciągłego, a ponadto stwierdzono w nim jeszcze pewne udziały niezgranulowanego surowca. Świadczy to o wyraźnej segregacji cząstek w granulowanym złożu, prowadzącej do wydostawania się z talerza głównie tych granul, które osiągnęły określone wymiary.

Analizując zawartość wody w poszczególnych frakcjach wymiarowych granul stwierdzono, że ich wilgotność w , określana jako stosunek masy zawartej w nich wody do masy suchych aglomeratów, wyraźnie rośnie ze wzrostem średnicy cząstek. Porównanie wilgotności granul z poszczególnych frakcji rozmiarowych dla różnych czasów trwania procesu przedstawiono na Rysunku 5.



Rys. 5. Porównanie zawartości wody (wilgotności w) w poszczególnych frakcjach rozmiarowych granulatu ($\alpha = 45^\circ$, $n/n_{kr} = 0,15$, $Q = 204$ g/min)

Stwierdzono, że zawartość wilgoci w granulach z poszczególnych frakcji ziarnowych obniża się wraz z czasem, a w końcowym okresie procesu stabilizuje się na pewnym poziomie. Zmiany zawartości wody w granulach w trakcie procesu dla wybranej frakcji wymiarowej produktu przedstawiono na Rysunku 6.



Rys. 6. Zmiana zawartości wilgoci w czasie granulacji dla frakcji $d_g = 6,3 \text{ mm}$

Do opisu składu ziarnowego granulatu uzyskanego w określonym czasie procesu wykorzystano momenty statystyczne:

- moment zerowy pierwszego rzędu (średni wymiar cząstek):

$$d_{gs} = m_1 = \sum_{i=1}^n x_i \cdot d_{gsi} \quad (2)$$

gdzie:

x_i – udział masowy ziaren i-tej klasy
 d_{gsi} – średni wymiar ziaren i-tej klasy

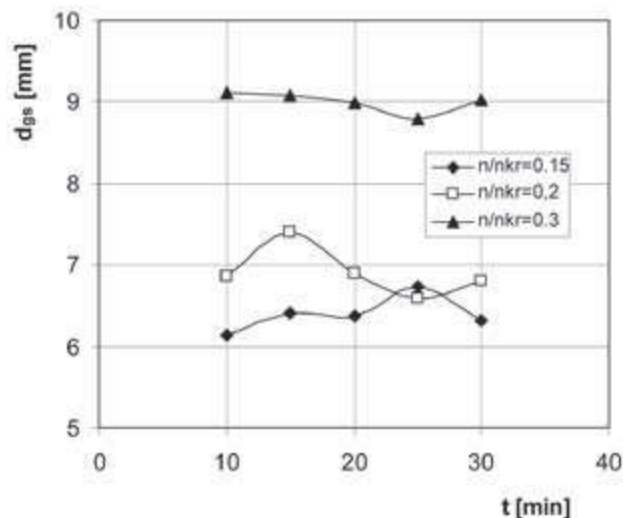
- moment centralny drugiego rzędu (wariancja rozkładu)

$$\sigma^2 = \sum_{i=1}^n x_i \cdot (d_{gsi} - d_{gs})^2 \quad (3)$$

- współczynnik zmienności – stosunek odchylenia standardowego do średniego wymiaru cząstek

$$\frac{\sigma}{d_{gs}} \quad (4)$$

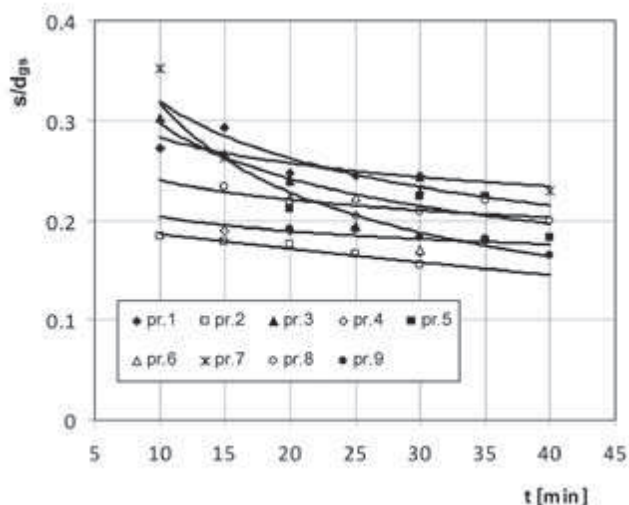
Przykładowe zmiany średniego wymiaru granул w próbkach pobranych po określonym czasie trwania procesu ciągłego przedstawiono na Rysunku 7, a zmiany współczynnika zmienności na Rysunku 8.



Rys. 7. Zmiana średniego rozmiaru granул w czasie ($\alpha = 45^\circ$, $Q = 272 \text{ g/min}$)

Z Rysunku 7 wynika, że zmiana średnich wymiarów granул w czasie procesu (w kolejnych pobranych próbkach) przy ustalonych pa-

rametrach procesowych jest niewielka, co może świadczyć o tym, że proces ciągły ustala się dość szybko. Potwierdza to również niewielka zmiana współczynników zmienności składu granulometrycznego dla próbek pobieranych w kolejnych odstępach czasu, przedstawiona na Rysunku 8.



Rys. 8. Zmiana w czasie współczynnika zmienności składu ziarnowego ($\alpha = 45^\circ$)

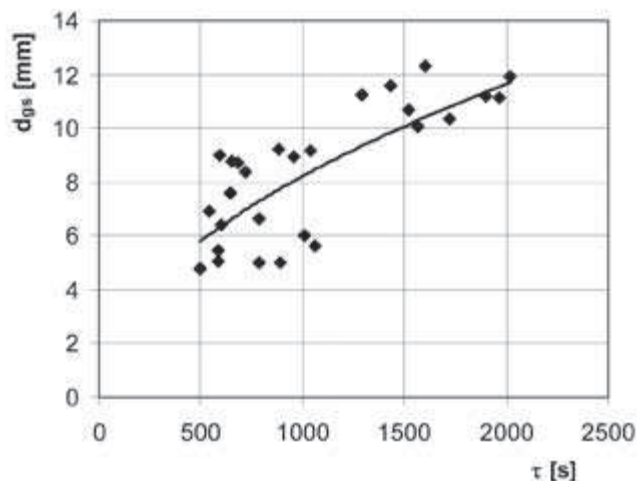
Istotne różnice wielkości wytwarzanych granул wywołane są natomiast zmianami parametrów procesowych stosowanych podczas badań, powodującymi istotne zmiany wypełnienia talerza w trakcie procesu i związany z tym średni czas przebywania wsadu w granulatorze.

Średni czas przebywania materiału w talerzu wyznaczano z zależności:

$$\tau = \frac{M}{Q + Q_w} \quad (5)$$

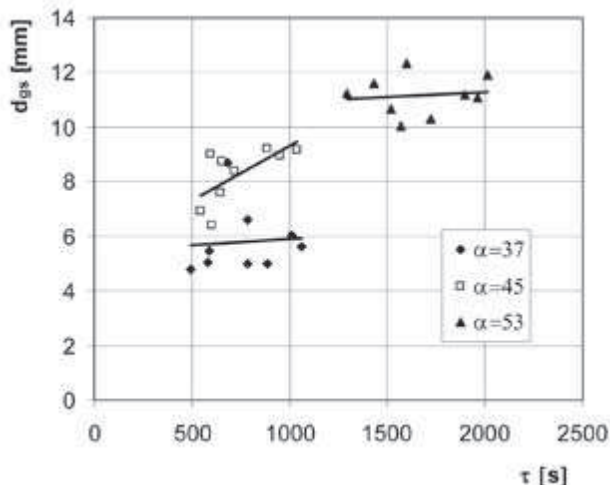
gdzie: M – masa materiału pozostająca w talerzu na końcu procesu, kg

Wpływ średniego czasu przebywania materiału w granulatorze na średni rozmiar otrzymywanych granул przedstawiono na Rysunku 9.



Rys. 9. Wpływ średniego czasu przebywania na średni wymiar granул

Dla zbioru wszystkich punktów doświadczalnych przedstawionych na Rysunku 9 można zauważyć ogólną tendencję, że średni rozmiar granул rośnie wraz z czasem przebywania złoża w granulatorze. Poszczególne punkty układają się jednak w pewne grupy związane z kątem pochylenia talerza, mającym największy wpływ na masę złoża przesypanych się w granulatorze. Zależności wpływu czasu przebywania na wielkość granул dla trzech kątów pochylenia talerza przedstawiono na Rysunku 10.



Rys. 10. Wpływ średniego czasu przebywania na średni wymiar granul dla różnych kątów nachylenia talerza α

W celu określenia wpływu badanych zmiennych parametrów procesowych na wartość średniego wymiaru granul w produkcie końcowym (po ustaleniu warunków procesu ciągłego) wykorzystano model potęgowej postaci:

$$d_{gs} = A \cdot \alpha^b \cdot Q^c \cdot \frac{n}{n_{kr}}^d \quad (6)$$

gdzie:

A – stała

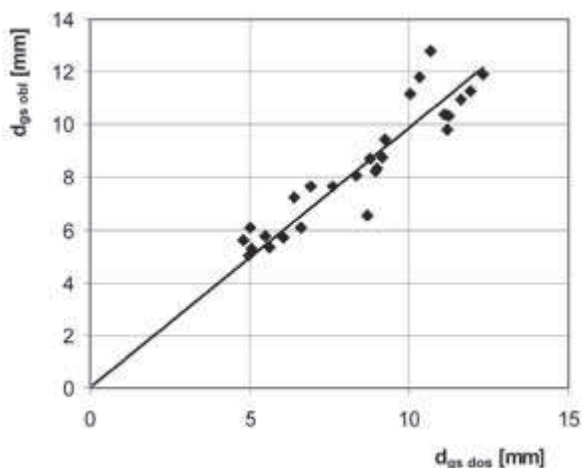
b, c, d – wykładniki potęg

W wyniku regresji potęgowej wielu zmiennych otrzymano równanie:

$$d_{gs} = 0,0252 \cdot \alpha^{1,86} \cdot Q^{-0,185} \cdot \frac{n}{n_{kr}}^{0,2} \quad (7)$$

przy współczynniku korelacji $R^2 = 0,88$.

Porównanie wartości średnich wymiarów granul, obliczonych z równania (7), z wartościami doświadczalnymi wyliczonymi ze składowych granulometrycznych wytworzonego produktu, przedstawiono na Rysunku 11.



Rys. 11. Porównanie obliczonych i doświadczalnych wartości średnich rozmiarów granul

Wartości wykładników potęg w otrzymanym równaniu dowodzą, że największy wpływ na wartość średniego rozmiaru cząstek produktu otrzymywanego w procesie ciągłej granulacji talerzowej ma kąt nachylenia osi talerza granulatora. Dodatnia wartość wykładnika potęgi przy tym parametrze świadczy o tym, że wraz ze wzrostem kąta α średni rozmiar granul d_{gs} znacząco rośnie. Jest to związane zarówno ze wzrostem średniego czasu przebywania złoża na talerzu, jak

również z silniejszymi oddziaływaniami dynamicznymi w przesypanych się złożu, związanych z większą masą, i wynikającą z tego większą wysokością granulowanego wsadu.

Wpływ pozostałych badanych parametrów jest znacznie mniejszy. Wzrost natężenia dozowania surowca proszkowego do granulatora wpływa na niewielki spadek średniego rozmiaru granul, co jest wynikiem obniżenia się średniego czasu przebywania granulowanego złoża na talerzu. Zwiększenie prędkości obrotowej talerza wpływa natomiast na wzrost wartości średniej średnicy cząstek granulatu, co jest wynikiem bardziej intensywnego ruchu złoża na talerzu, wpływającego na częstość i siły wzajemnych oddziaływań między przesypanych się cząstkami złoża, co zwiększa prawdopodobieństwo ich połączenia.

Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych badań ciągłej granulacji talerzowej można wyciągnąć następujące wnioski:

- największy wpływ na właściwości produktu granulacji ma kąt nachylenia talerza; zwiększenie kąta nachylenia osi talerza do poziomu wywołuje wzrost średniego rozmiaru powstających granul
- wzrost natężenia dostarczania surowca proszkowego do granulatora wpływa na niewielki spadek wymiarów powstających cząstek
- zwiększenie prędkości obrotowej talerza wpływa na wzrost średniego wymiaru granul
- granule o większych rozmiarach mają większy udział cieczy wiążącej
- zwiększenie czasu przebywania granulowanego materiału na talerzu powoduje wzrost wymiarów powstających granul
- ze wzrostem czasu przebywania materiału w granulatorze otrzymywany produkt staje się bardziej jednorodny
- największy wpływ na czas przebywania materiału w granulatorze ma kąt nachylenia osi talerza.

Literatura

1. Sastry K.V.S. and Fuerstenau D.W.: *Mechanisms of Agglomerate Growth in Green Pelletization*. Powder Technology 1973, **7**, 97-105.
2. Gluba T.: *The effect of wetting liquid droplet size on the growth of agglomerates during wet drum granulation*. Powder Technology 2003, **130**, 219-224.
3. Gluba T., Heim A., Obraniak A.: *Investigation of the drum granulation conditions for mineral raw material of different grain size compositions*. Physico-chemical Problems of Mineral Processing 2001, **35**, 103-112.
4. Schaafsma S.H., Vonk P., Segers P., Kossen N.W.F.: *Description of agglomerate growth*. Powder Technology 1998, **97**, 183-190.
5. Wildeboer W.J., Litster J.D., Cameron I.T.: *Modelling nucleation in wet granulation*. Chem. Eng. Sci. 2005, **60**, 3751-3761.
6. Kochański B.: *Kinetyka procesu granulacji talerzowej*. Inżynieria Chemiczna. Zeszyty Naukowe Politechniki Łódzkiej 1995, **20**, 73.
7. Domaradzki M.: *Kinetyka granulacji pyłów w granulatorze talerzowym*. Praca Doktorska. Politechnika Łódzka 1978.
8. Heim A., Kaźmierczak R., Obraniak A.: *Model dynamiki złoża ziarnistego w granulatorze talerzowym*. Inż. Chem. Proc. 2004, 3/2, **25**, 993-998.
9. Heim A., Kaźmierczak R., Obraniak A.: *The effect of equipment and process parameters on torque during disc granulation of bentonite*. Physicochem. Probl. of Min. Proc. 2004, **38**, 157-166.
10. Sorich B.: *Porównanie różnych metod granulacji saletrzaku*. I Ogólnopolskie Sympozjum Granulacja – Stan Techniki i Perspektywy Rozwoju Procesów i Aparatury, Puławy '82, 1982.
11. Jarema-Suchorowska S., Juraszek A.: *Granulacja popiołów lotnych dla energetyki i górnictwa*. III Ogólnopolskie Sympozjum Granulacja – Stan Techniki i Perspektywy Rozwoju Procesów i Aparatury, Puławy '88, 1988.
12. Delwel F., Veer F. A.: *Continuous granulation of sodium triphosphate in a pan granulator*. Ind. Eng. Chem. Process Des. Dev. 1978, **17**, 261-265.

Praca wykonana w ramach działalności statutowej **W-10/16/2012/Dz.St.** na Wydziale Inżynierii Procesowej i Ochrony Środowiska Politechniki Łódzkiej

Dr inż. Tadeusz GLUBA ukończył studia na Wydziale Mechanicznym Politechniki Łódzkiej (1973). W 1982 r. uzyskał tytuł doktora w Instytucie Inżynierii Chemicznej i Procesowej na tej samej uczelni. Obecnie jest pracownikiem naukowym w Katedrze Aparatury Procesowej Politechniki Łódzkiej.