



МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
"КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ"

Я.М. Корнієнко, Р.В.Сачок

**Процес гранулоутворення мінерально-
гумінових добрив**

монографія

КИЇВ 2014

УДК 628.5:66.002.9

ББК 32.965н73

X89

*Рекомендовано Вченою радою НТУУ «КПІ»
(Протокол №10 від «03» листопада 2014 р.)*

Рецензенти: *Ю.І. Хвастухін* (Інститут газу НАН України)

Д.М. Корнічук (ІТТФ НАН України)

Редактор: *А. Р. Степанюк*

Корнієнко Я. М., Сачок Р. В.

X89 Процес гранулоутворення мінерально-гумінових добрив:

Монографія. [Електронне видання]. 158 с.: іл.

ISBN 000-00-000-0

Викладено фізичні та математичні моделі створення багатошарових гуміново-мінеральних твердих композитів.

УДК 628.5:66.002.9

ББК 32.965н73

ISBN 000-00-000-0

© Я.М. Корнієнко, Р.В. Сачок

ЗМІСТ

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ, СИМВОЛІВ, ІНДЕКСІВ.....	5
ВСТУП.....	8
РОЗДІЛ 1 СПОСОБИ ТА ОБЛАДНАННЯ ДЛЯ ВИРОБНИЦТВА	
МІНЕРАЛЬНО-ГУМІНОВИХ ДОБРІВ.....	9
1.1 Сучасні заходи щодо збереження родючості ґрунтів.....	9
1.2 Способи одержання органічних і гуміновмісних добрив.....	12
1.3 Існуючі виробництва та застосування гуміново-мінеральних добрив...13	
1.4 Процеси та обладнання для гранулювання у псевдозрідженому шарі.....	15
1.5 Моделювання процесу зневоднення та гранулювання у псевдозрідженому шарі.....	20
РОЗДІЛ 2 МОДЕЛЮВАННЯ ПРОЦЕСІВ ГРАНУЛОУТВОРЕННЯ	
МІНЕРАЛЬНО-ГУМІНОВИХ ДОБРІВ.....	27
2.1 Обґрунтування фізичної моделі утворення мінерально-гумінових добрив за рахунок масової кристалізації.....	27
2.1.1 Фізична модель утворення мінерально-гумінових добрив при зневодненні рідких систем у псевдозрідженому шарі.....	29
2.2 Математична модель утворення багат шарових мінерально- гумінових добрив.....	32
2.2.1 Числовий розв'язок математичної моделі.....	38
2.2.2 Алгоритм розв'язку.....	40
2.3 Визначення області ефективного проведення процесу.....	42
2.4 Методика експериментальних досліджень.....	45
2.5 Опис пілотної установки.....	49
2.6 Висновки до розділу 2.....	53
РОЗДІЛ 3 ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ.....	
3.1 Процес утворення азотно-гумінових мінеральних добрив з пошаровою структурою.....	54
3.1.1 Кінетичні характеристики процесів утворення азотно-гумінових добрив.....	54

3.1.2	Визначення впливу технологічних параметрів на ефективність процесу утворення азотно-гумінових добрив.....	63
3.2	Процес утворення азотно- кальцієво-гумінових добрив.....	66
3.2.1	Кінетичні характеристики процесу гранулоутворення азотно- кальцієво-гумінових добрив.....	66
3.2.2	Визначення впливу технологічних параметрів на ефективність процесу утворення азотно-кальцієво-гумінових добрив.....	75
3.3	Процес утворення азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив.....	78
3.3.1	Кінетичні характеристики процесу гранулоутворення азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив.....	79
3.3.2	Визначення впливу технологічних параметрів на ефективність процесу утворення азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив.....	88
3.4	Теплообмін в псевдозрідженому шарі.....	91
3.5	Висновки до розділу 3.....	94
4	УЗАГАЛЬНЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ДОСЛІДЖЕНЬ.....	96
4.1	Перевірка адекватності математичної моделі безперервного процесу утворення мінерально-гумінових добрив.....	96
4.1.1	Дослідження кінетики процесів утворення азотно-гумінових добрив з використанням рециклу.....	96
4.1.2	Дослідження кінетики процесів утворення азотно-кальцієво-гумінових добрив з використанням рециклу.....	103
4.1.3	Дослідження кінетики процесів утворення азотно-кальцієвих добрив з реальних розчинів виробництва	111
4.2	Узагальнена модель утворення мінерально-гумінових добрив.....	120
4.3	Практичне застосування результатів досліджень.....	126
4.4	Обґрунтування методики розрахунку апарату для одержання мінерально-гумінових добрив.....	128
4.4.1	Вихідні дані.....	129
4.4.2	Матеріальний баланс гранулятора.....	130
4.4.3	Тепловий баланс гранулятора.....	131

4.4.4 Теплові витрати.....	131
4.4.5 Дисперсний склад псевдозріженого шару.....	133
4.4.6 Потужність внутрішнього джерела нових центрів грануляції.....	134
4.4.7 Робоча швидкість теплоносія.....	135
4.4.8 Розрахунок площі газорозподільного пристрою.....	136
4.4.9 Гідравлічний розрахунок апарата.....	139
4.4.10 Розрахунок числа диспергаторів конічного типу.....	141
4.4.11 Розрахунок зони зрошення диспергатора.....	142
Висновки до розділу 4.....	143
ВИСНОВКИ.....	145
Перелік посилань.....	146

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ, СИМВОЛІВ, ОДИНИЦЬ, СКОРОЧЕНЬ І ТЕРМІНІВ

Умовні позначення:

- $g d$ – функція масового розподілення гранул за розмірами, 1/мм;
- φd – функція потужності джерела та стоку гранул, 1/мм год;
- $\Delta\varphi d$ – компенсаційна функція (зовнішній рецикл), 1/мм год;
- $S d$ – функція сепаратора;
- n, z – коефіцієнти γ -розподілення;
- Λ – лінійна швидкість росту розмірів частинок, мм/год;
- ψ – коефіцієнт гранулоутворення, %;
- K – константа вивантаження, 1/год;
- $H_{ш}$ – висота шару, м;
- $t_{п}$ – температура повітря, °С;
- $G_{вив}$ – кількість кінцевого продукту, вивантаженого з апарата, кг/год;
- G_M – кількість сухих речовин, яка подається в апарат з розчином, кг/год;
- $G_{ш}$ – маса псевдозрідженого шару, кг;
- $\Delta P_{ш}$ – гідравлічний опір шару, Па;
- F_a – площа апарата в зоні газорозподільного пристрою, м² ;
- g – прискорення вільного падіння, м/с²;
- D_e – еквівалентний діаметр часток в шарі, м;
- N – загальна кількість часток в шарі, шт;
- ρ_r – густина частинок, кг/м³;
- $f_{ш}$ – загальну поверхню часток в шарі, м²;
- a_f – щільність зрошення поверхні шару за вологістю, кг вол/м² год;
- Q – загальна витрата теплоти, кДж;

L' – масова витрата теплоносія, кг/год;

x_i – масова частка i -тої фракції за даними ситового аналізу;

$L(\tau)$ – функція втрат якості;

d_i – середній розмір i -тої фракції, мм;

G_i – маса i -тої фракції, кг;

$\Delta D = D_2 - D_1$ – діапазон розмірів i -тої фракції, мм;

D_1, D_2 – розміри отвору двох сумісних сит, м;

F_p – площа живого перерізу ГРП, м²;

φ – коефіцієнт живого перерізу, %;

ΔP_p – гідравлічний опір ГРП, Па;

ξ – коефіцієнт гідравлічного опору;

$\rho_{пт}$ – густина повітря, що подається в апарат при даній температурі, кг/м³;

V – витрати повітря при нормальних умовах, м³/год;

ΔP_d – перепад тиску на камерній діафрагмі, Па;

W – кількість видаленої вологи, кг/год;

g_r – витрати природного газу на 1 кг повітря, яке нагрівається, кДж/кг;

i_1 – ентальпія повітря, яке виходить з теплогенератора, кДж/кг;

i_0 – ентальпія повітря, яка надходить до теплогенератора, кДж/кг;

t_2 – температура теплоносія на виході з апарата, °С;

t_0 – температура повітря перед калорифером, °С;

Θ_1, Θ_2 – відповідно температура матеріалу до і після гранулятора, °С;

q_v – втрати в навколишнє середовище приймаються, кДж;

P – абсолютний тиск у грануляторі в Па;

D – поточне значення діаметра частинок в шарі, м;

D_y – мінімальний діаметр частинок, що виносяться з апарата теплоносієм, м;

S_1 – масова частка частинок розміром D_1 у готовому продукті.

Числа (критерії) подібності:

Re – число Рейнольдса;

Ar – число Архімеда;

Pr – критерій Прандтля.

Перелік скорочень:

ГРП – газорозподільний пристрій;

ПШ – псевдозріджений шар;

СА – сульфат амонію;

Г – гумінові речовини;

К – калій;

Са – кальцій;

Mg – магній;

S – сірка;

B – бор;

Fe – залізо;

Cu – мідь;

Zn – цинк;

Mn – марганець.

БР₁, БР₂, БР₃ – блоки регулювання.

ВСТУП

До основних причин загострення світової продовольчої кризи відноситься зміна структури ВВП. У ХХІ столітті значна частка ВВП країн світу виробляється в сфері послуг, частка ж реального сектора економіки скоротилася до 15–20%. На продукцію агропромислового комплексу у ВВП нині припадає менше 8–10% [1].

Для забезпечення продовольчих потреб зростаючого населення Землі у найближчі 30 років треба буде збільшити продуктивність сільськогосподарського виробництва щонайменше у півтора рази в світовому масштабі та удвічі – у країнах, що розвиваються [2].

Ці задачі є актуальними і для України. Так, щорічні середні втрати гумінових речовин за останні 20 років становлять більше 570 кг/га, що перевищує в 1,6 рази цей показник за попередні 80 років [3,4].

Для забезпечення продовольчих потреб в Україні було збільшено розораність ґрунтів до 57,3%, що перевищує в 1,5–2 рази країни Західної Європи і в 3 рази – США (19%). Так, для збереження екологічної рівноваги необхідно зменшити площі орних земель на 24% або на 14 млн. га. [5]

Серед комплексних заходів, спрямованих на вирішення цієї задачі, важливе місце займає створення нового покоління мінерально-гумінових добрив, які б компенсували втрати не тільки мінеральних, але й гумінових речовин, та сприяли б ефективним процесам ґрунтоутворення і збереженню екологічної рівноваги.

Тому розроблення ефективного процесу для одержання багат шарових мінерально-гумінових твердих композитів із заданими властивостями сприятиме впровадженню принципів раціонального землекористування.

РОЗДІЛ 1

СПОСОБИ ТА ОБЛАДНАННЯ ДЛЯ ВИРОБНИЦТВА МІНЕРАЛЬНО-ГУМІНОВИХ ДОБРИВ

1.1 Сучасні заходи щодо збереження родючості ґрунтів

Спираючись на світові тенденції [6], академіком НАН України Згуровським М.З. для оцінки рівня розвитку окремої країни запропоновано методологію визначення індексу сталого розвитку, що визначається на підставі економічного, екологічного та соціального розвитку [7].

Однією з найважливіших задач сьогодні для України є відбудова та реформування однієї з найважливіших галузей – сільського господарства.

До визначальних чинників, що визначають врожайність сільськогосподарських культур, є родючість ґрунтів, обумовлена вмістом в них гумінових і мінеральних поживних речовин (N, P, K, Ca).

Для запровадження принципів раціонального землекористування [8,9] необхідно впровадити науково обґрунтоване застосування всіх агрохімічних заходів у землеробстві, враховуючи можливі джерела забруднення навколишнього середовища, негативні екологічні наслідки забруднення й шляхи його попередження або зменшення [10].

На земній кулі придатних для землеробства ґрунтів є лише 9% (3,2 млрд. га) [11]. В Україні ці показники трохи кращі. Український чорнозем – найродючіша частина оброблюваних ґрунтів – становить, за різними оцінками, від 8 до 15% світових запасів.

Щоб підтримати необхідний баланс гумусу, у ґрунт необхідно вносити органічні добрива. Для повного відтворення запасів гумусу потрібно вносити щороку 320–340 млн. т органічних добрив, пріорювати на гектар ріллі по 10–12 т. За даними Національної академії аграрних наук України, під урожай агрокультур в останні роки вносилося в середньому в 17 разів менше

органічних добрив, ніж потрібно. Ґрунт без органічних речовин виснажується, зменшуються врожаї. Так, втрата 0,1% гумусу в ґрунті знижує урожайність зерна на 0,5 ц/га [12].

Вищезазначені тенденції мають місце тому, зазначає академік НААН України В. Сайко [13], що землеробство ведеться з порушенням законів повернення у ґрунт поживних речовин.

Споживацьке ставлення до землі породило ряд негативних наслідків, таких як зменшення продуктивності та погіршення якості ґрунтів. Ефективну родючість ґрунтів, створену у 70–80-ті роки, втрачено, в результаті чого вичерпування природної родючості ґрунтів призвело до зниження врожаїв [12].

Внаслідок впливу на ґрунт антропогенних та техногенних факторів, технологічного використання ґрунтів на значній території, втрачено 10–25% органічної речовини, помітно знижуються запаси поживних форм фосфору і калію. В той же час зменшується вміст кальцію у кислих ґрунтах, в результаті чого поширюється знеструктурення орного шару, наслідком цих явищ є зниження продуктивності сільськогосподарських культур [12].

Заходи щодо підвищення продуктивності земель та їхньої охорони повинні здійснюватись комплексно, як єдина система, взаємно доповнюючи один одного і посилюючи дію всіх інших.

На думку фахівців [14] для того, щоб зберегти фізичні властивості ґрунтів – структуру, пористість, оптимальний водно-повітряний режим – потрібно різко скоротити повторність обробітку ґрунтів, перейти на прогресивні та ефективні його форми, замінити традиційні види добрив комплексними. Щоб врятувати український чорнозем, треба щороку вносити на гектар по 30–40 тонн органіки. Збільшення вмісту гумусу значно підвищує ефективність мінеральних добрив, знижує їхню побічну негативну дію, сприяє закріпленню їхніх надлишків і нейтралізує шкідливі домішки.

Таким чином, в сучасних умовах особливого значення набувають мінерально-гумінові добрива пролонгованої дії з заданими властивостями. Функціонування такого комплексу, що включає як мінеральні, так і органічні

компоненти, визначається технологічним регламентом виготовлення добрив [14].

Переважаючий вплив на забруднення природного середовища роблять підприємства металургійного комплексу, енергетики, паливної і хімічної промисловості [15]. Вторинні матеріали та ресурси [16] – відходи виробництва та споживання, на даному етапі розвитку науки та техніки можуть бути використані в народному господарстві як на підприємстві, де вони були створені, так і за його межами.

Щорічно в Україні утворюється біля мільярда тонн відходів виробництва і споживання [17], у зв'язку з чим утилізація відходів, що утворюються в сфері виробництва, має важливе значення для раціонального ресурсоспоживання.

Широке застосування у всіх галузях народного господарства ресурсозберігаючих технологій може стати вирішальним фактором поліпшення екологічної обстановки в країні [18].

Важливою проблемою в світі та, зокрема, в Україні залишається переробка відходів хімічної промисловості на корисні для народного господарства продукти. Так рідкі стоки виробництва капролактаму та гумінові речовини, що знаходяться у відходах вугледобувної промисловості, можна попереробляти на високоякісні органо-мінеральні добрива. На вітчизняних виробництвах капролактаму [19] щорічно утворюється близько 400 тис. м³ розчинів сульфату амонію (NH₄)₂SO₄, що широко використовується в сільському господарстві як азотне добриво. Саме це спонукає до створення екологічно безпечної енергетично заощадливої технології виробництва гранульованих мінерально-гумінових добрив з промислових відходів, до вмісту яких входять мінеральні поживні компоненти і гумінові речовини.

Таким чином вирішуються одразу дві проблеми:

- утилізація промислових відходів;
- збереження родючості ґрунтів.

1.2 Способи одержання органічних і гуміновмісних добрив

Найбільш ефективним способом зневоднювання відходів, що утворюються при очищенні стічних вод, є термічне сушіння. Перспективні технологічні способи зневоднювання осадів і надлишкового активного мулу, що включають використання барабанних вакуум-фільтрів, центрифуг, з наступним термічним сушінням і одночасною грануляцією дозволяють одержувати продукт у вигляді гранул, що забезпечує одержання незагниваючого і зручного для транспортування, збереження і внесення в ґрунт органо-мінерального добрива, що містить азот, фосфор, мікроелементи [20].

Викликає інтерес практика використання осадів стічних вод у ФРН. За санітарними нормами у ФРН допускається використання як добрива тільки незагниваючі, стабілізовані осади стічних вод, термічно висушені, компостовані та пастеризовані [21].

Таких недоліків не мають установки, які використовують псевдозріджений шар для гранулювання рідких речовин [22].

Для зневоднювання зокрема рекомендується застосовувати сушарку з псевдозрідженим шаром інертних тіл. Процес здійснюється в такий спосіб: продукт, що зневоднюється, спочатку надходить до вакуум-фільтру, а потім у двухвальний змішувач, де перемішується з висушеним матеріалом з розрахунку 1:1. Після цього суміш подається до сушарки псевдозрідженого шару, заповнену інертною насадкою, у якості якої використовується галька або цементний клінкер з частками розміром 5–6 мм. Теплоносієм і псевдозріджуючим агентом є димові газы температурою 500°C. Генератором димових газів служить піч, у якій спалюють мазут або природний газ. Вологий матеріал контактує з частками які інтенсивно рухаються, зневоднюється, висушується, подрібнюється і виносяться газами, які надходять в систему циклонів. Після першої і другої ступіні очищення в прямоточному циклоні сухий продукт надходить до двухвального змішувача, а інша частина разом із сухими частками з батарейного циклону подається до збірника готового

продукту 6. Тиск димових газів під газорозподільною решіткою підтримується близько 4–5кПа.

Маса шламу, що завантажується, приблизно дорівнює масі інертних часток. Робоча продуктивність при сушінні паст в апараті, спорядженого мішалкою, складає 6–8 кг/год; вологість суспензії активного мулу після висушування становить 3–5%; втрати суспензії в сушарці з псевдозрідженим шаром близько 4%, а в розпилувальні 9 %.

Аналогічний спосіб розроблений авторами [23], на основі якого можна робити ефективні й екологічно безпечні органічні добрива для одержання якісної сільськогосподарської продукції.

Розробники [24] запропонували використання комплексних добрив "Теллура-М" і "Теллура-БИО" у сільському господарстві Алтайського краю, що мають окупність 225 крб., підвищення врожайності на 15–70%.

Авторами [25] створено комбіноване гранульоване органо-мінеральне добриво на основі компосту виробництва ЗАТ «Еко-азот». Містять життєво важливі мікроелементи: магній (Mg), сірка (S), бор (B), залізо (Fe), мідь (Cu), цинк (Zn), марганець (Mn), кальцій (Ca).

Таким чином, наведені технології дозволяють використовувати надзвичайно цінні для сільського господарства компоненти, що містяться у відходах та викидах, проте при застосуванні таких технологій не забезпечується рівномірне розподілення компонентів у добривах.

1.3 Існуючі виробництва та застосування гуміново-мінеральних добрив

В умовах Іркутської області ТОВ "Гумат", Іркутськ проведено лабораторні і польові дослідження з гуміновими препаратами (Гумат+7) нового покоління з передпосівною обробкою насіння. В цілому, було встановлено, що дія різних форм гуматів позитивно впливає на підвищення врожайності польових культур і якість сільгосппродукції [26].

Таким чином, застосування гумінових препаратів нового покоління в умовах області сприяють підвищенню врожайності сільськогосподарських культур, поліпшенню посівних якостей насіння, зниженню захворюваності зернових культур.

При застосуванні сухих гумінових сполук виникають технологічні труднощі: при розчиненні утворюється осад, який швидко забиває форсунки обприскувачів. Сільгоспвиробнику працювати з рідким концентрованим добривом стає економічно не вигідно.

Запропонована технологія одержання і конструкція установки для виробництва гумінових добрив з бурого вугілля Якутії (Ленский басейн) базується на трьох запатентованих способах одержання гумінових речовин з бурого вугілля і торфів: електрохімічному [27–29] і термовилужуванні [27].

Гуміново-мінеральний концентрат, вироблений ТОВ “Ефат” з дешевої і доступної сировини, має унікальні фізико-хімічні, біогеохімічні і фізіологічні властивості. Застосування ГМК дозволяє успішно й ефективно вирішувати актуальні екологічні, промислові і сільськогосподарські проблеми.

Утилізація осадів міських стічних вод (ОСВ), оброблених ГМК, як ізолюючі ґрунти при оформленні полігонів поховання твердих побутових і прирівняних до них промислових відходів.

Створення добрив Гумат+7, "Гумат калію" і "Гумат натрію", “Ефат” добрива пролонгованої дії на основі торфу, гуміново-мінерального концентрату дає можливість значно покращити родючість ґрунтів, проте застосування їх у формі розчинів створює проблему транспортування, збереження та дозованого внесення, а проблема їх висушування або грануляції ще не вирішена.

Таких недоліків позбавлені добрива з використанням «Лігно гумітів». Гуматизовані органо-мінеральні добрива (ГОМД) з використанням «Лігно гумітів» (ГОМД) [29] являють собою модифіковані гуміновими компонентами стандартні мінеральні добрива (карбамід, аміачна селітра, суперфосфат, аммофос, нітроаммофоска, суперфоска, азофоска, сульфоаммофос) чи тукові суміші. Використання таких добрив дозволяє підвищити ефективність

засвоєння рослинами мінеральних компонентів добрив, знизити їх загальні витрати, забезпечує одержання екологічно чистої сільськогосподарської продукції й збереження родючості ґрунтів, при мінімальному впливі на навколишнє середовище.

Згідно інформації виробників, ними відпрацьовані промислові технології одержання гуматизованих «Лігно гуматів» ОМД шляхом нанесення гумінових оболонок на будь-які стандартні гранульовані мінеральні добрива [30].

Переваги технології виробництва та внесення добрив у вигляді гранул, перед внесенням з розчинів досить великі, проте нанесення гуматів лише на поверхню гранул не забезпечує пролонгованості їх дії.

1.4 Процеси та обладнання для гранулювання у псевдозрідженому шарі

Сутність процесу гранулоутворення в псевдозрідженому шарі полягає в тому, що гранулювання з одночасним сушінням відбувається у робочому просторі апарата при підведенні сушильного або охолоджуючого агенту, що утворює шар гранул під час проходження крізь газорозподільні елементи різноманітної конфігурації [31].

Процес включає до свого складу нанесення тонкого шару (плівки) на поверхню частинок та подальшу кристалізацію його з утворенням стійкої структури [32]. Тверда речовина, що надходить до псевдозрідженого шару з рідкою фазою, частково відкладається на поверхні часток, що формують псевдозріджений шар.

Одночасно з процесом нанесення плівки рідкої фази на поверхню часток утворюються нові, самостійні центри гранулоутворення з твердої фази, що не досягли або не закріпилися на поверхні частинок [33].

Закономірності формування псевдозрідженого шару гранул [34], вплив технологічних і конструктивних параметрів на процес створення «киплячого шару» [33], особливості апаратного оформлення грануляторів

псевдозрідженого шару – комплексна проблема, вирішенню якої присвячено ряд наукових праць і монографій [35–42].

Прямокутні гранулятори псевдозрідженого шару забезпечують створення позонного контакту, забезпечують необхідну технологію перебування гранул в апараті, дають можливість проводити декілька процесів: сушіння та охолодження (кондиціювання). Гранулятори псевдозрідженого шару виготовляються і встановлюються багатьма світовими компаніями, такими як GEA Niro, Glatt, Hosokawa Micron, Vector та іншими [43–47].

Компанія GEA Niro пропонує енергозберігаючі установки киплячого шару SPRAY FLUIDIZER™[43] (рисунок 1.1), що застосовуються для сушіння, випалювання й охолодження тонко- і грубодисперсних матеріалів.

При цьому можуть бути використані традиційні носії енергії: вода, розсіл, топкові гази, повітря. Введення робочого розчину до апарату відбувається за допомогою пневматичних форсунок.

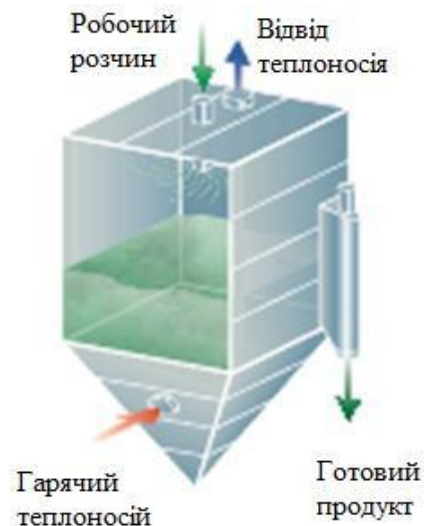


Рисунок 1.1 – Установка киплячого шару SPRAY FLUIDIZER

При роботі з грубими суспензіями з використанням $\text{Ca}(\text{OH})_2$, в компанії застосовують диспергатори (рисунок 1.2), а також ротаційні пульверизатори по

технології SDA [43] Недоліками цих установок є неконтрольоване утворення агломератів в псевдозрідженому шарі.

Компанія Glatt [44] запропонувала устаткування для зневоднення та агломерації, грануляції розпилюванням, нанесення покриттів декількох видів.

В установках для безперервного процесу зневоднення ProCell [44] здійснюється агломерація, сушіння та охолодження в одному апараті. За рахунок подачі в різні зони теплоносія з різною температурою та різною швидкістю забезпечується стійкий режим псевдозрідження та мінімальний винос частинок з апарату, рисунки 1.2, 1.3.

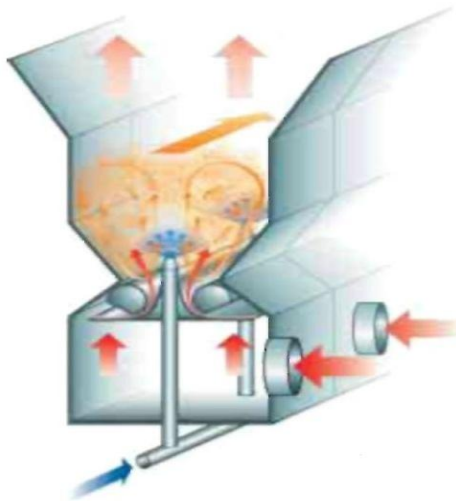
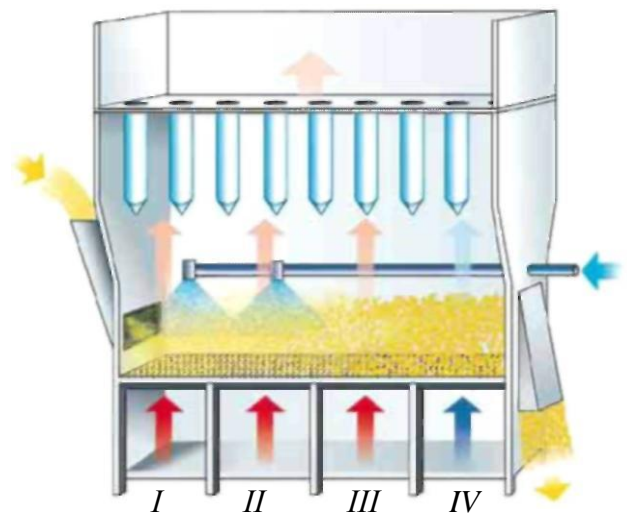


Рисунок 1.2 – Принцип технологічного процесу на установці ProCell 5



I, II – агломерація, *III* – висушування, *IV* – охолодження

Рисунок 1.3 – Принцип процесу безперервного зневоднення компанії Glatt

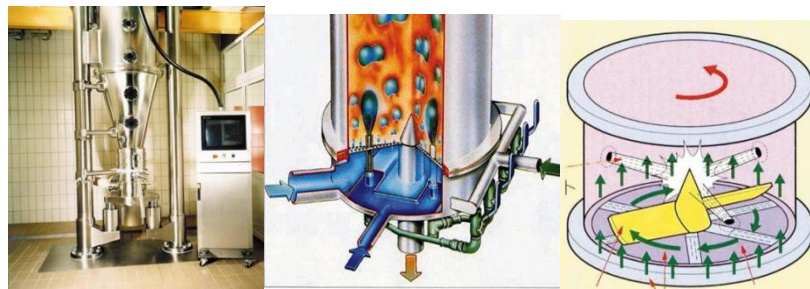
Відпрацьований теплоносій з апарату відводиться через фільтрувальні елементи. Така організація процесу сприяє збільшенню рушійної сили процесу зневоднення. Але наявність фільтрів та неконтрольована агломерація мікрочастинок зумовлюють періодичність процесу і не забезпечують рівномірність розподілення мінеральних та органічних компонентів по об'єму гранули і відповідні фізико-механічні властивості гранул.

Компанія «Nosokawa Micron International Inc.» [45] використовує декілька технологій зневоднення та грануляції в псевдозрідженому шарі. На рисунку 1.4

наведено різні способи утворення гранул заданої форми в псевдозрідженому шарі з класифікацією готового продукту за розмірами.

Так, на рисунку 1.4 б показано циліндричний апарат з барботажем режимом псевдозрідження, при цьому розпилення робочого всередину шару здійснюється як радіально так і через ГРП за допомогою спеціальних пневматичних або комбінованих форсунок. Для запобігання утворення застійних зон, подрібнення великих гранул та виведення готового продукту запропоновано застосовувати пристрій, рисунок 1.4 в.

Недоліками такого способу є неконтрольований процес агломерації, використання багатьох розпилювачів, що суттєво ускладнює реалізацію процесу в цілому.



a

б

в

a – загальний вигляд гранулятора псевдозрідженого шару; *б* – механізм процесу грануляції; *в* – механізм процесу класифікації

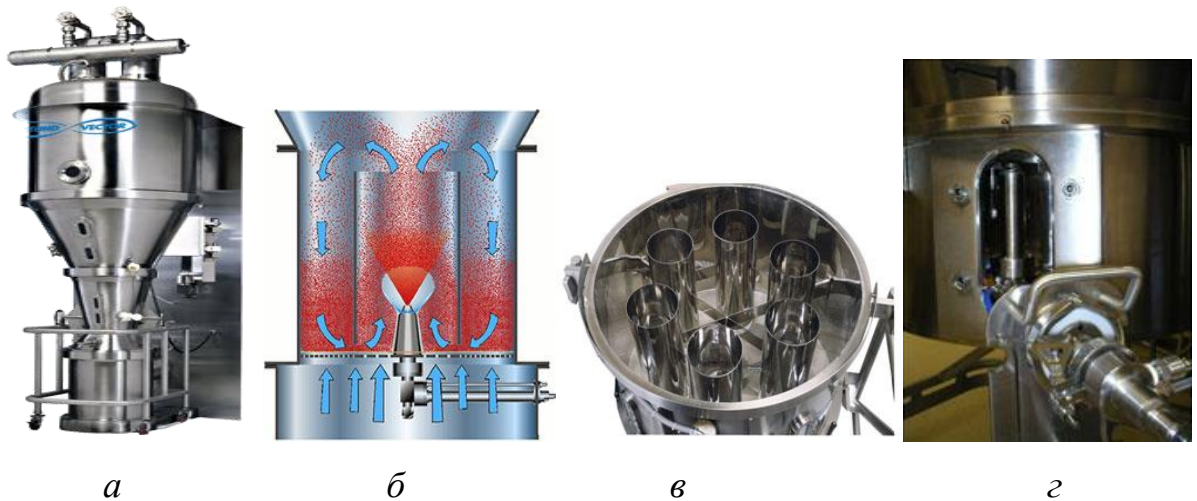
Рисунок 1.4 – Гранулятор псевдозрідженого шару

Аналогічні недоліки має багатосекційна установка псевдозрідженого шару безперервної дії компанії «Nosokawa Micron International Inc.», [46] рисунок 1.5, яка працює за тим самим принципом, що й установки компанії Glatt (рисунки 1.2, 1.3).



Рисунок 1.5 – Багатосекційна установка псевдозрідженого шару

Для забезпечення направленої циркуляції компанія Vector [46] використовує оригінальну технологію псевдозрідження втілену в апаратах Coater[®] Flo (рисунок 1.6). Це досягається тим, що у радіально розташованих в апараті трубах (рисунок 1.6 в), в яких розміщується розпилюючий пристрій типу форсунки (пневматичні, комбіновані), здатної працювати з низько концентрованими розчинами суспензій. В трубі утворюється зона інтенсивного зволоження, через яку рухається потік гранул за допомогою нагрітого теплоносія.



а – загальний вигляд гранулятора псевдозрідженого шару; *б* – направлена циркуляція в одній із секцій апарату; *в* – розташування розпилюючих пристроїв в апараті; *г* – система заміни розпилюючого пристрою

Рисунок 1.6 – Гранулятор псевдозрідженого шару компанії Vector

До загальних недоліків грануляторів компанії Vector [46] слід віднести встановлення розпилюючих форсунок з обмеженою продуктивністю, застосування яких можливе при диспергуванні гомогенних рідких систем.

Таким чином, для одержання гранульованого продукту заданого дисперсного складу при безперервному процесі необхідно встановити механізм утворення та джерела нових центрів грануляції.

1.5 Моделювання процесу зневоднення та гранулювання у псевдозрідженому шарі

Формування гранулометричного складу в апаратах псевдозрідженого шару визначається рядом факторів. Встановлена залежність кінетики гранулоутворення від технологічних параметрів процесу (швидкість псевдозрідження, фізико-хімічні властивості матеріалу та ін.), методів організації процесу (рецикловий, безрецикловий), конструктивних параметрів апаратів [38, 47, 48].

Залежно від організації процесу та механізму збільшення розмірів частинок, опис процесу має такий вигляд [38]:

- гранулювання без вторинних явищ:

$$\frac{dD_{\tau}}{d\tau} \neq 0; \frac{d\rho(D_{\tau})}{d\tau} \neq 0; \frac{dM_{\text{ш}}}{d\tau} \neq 0; \frac{dN_{\text{ш}}}{d\tau} = 0,$$

- гранулювання з агломерацією:

$$\frac{dD_{\tau}}{d\tau} \neq 0; \frac{d\rho(D_{\tau})}{d\tau} \neq 0; \frac{dG_{\text{ш}}}{d\tau} \neq 0; \frac{dN_{\text{ш}}}{d\tau} \neq 0,$$

де D_{τ} – середній поточний діаметр частинок у псевдозрідженому шарі;

$\rho(D_{\tau})$ – щільність розподілу маси частинок за розмірами;

$M_{\text{ш}}$ – маса частинок у псевдозрідженому шарі;

$N_{\text{ш}}$ – загальна кількість частинок у шарі;

$G_{\text{ш}}$ – маса сухих речовин у рідкій фазі.

Для опису кінетики росту гранул найбільш широке використання знайшла максимально зручна та природна гіпотеза поверхневого («нормального») росту гранул [48]. Згідно з нею матеріал на гранулах відкладається у вигляді кілець. Запропонований механізм передбачає розгляд

таких методів [49]: кінетику швидкості росту окремої частинки, кінетику швидкості росту еквівалентного діаметра росту часток у псевдозрідженому шарі та кінетику зміни функції розподілу частинок за розмірами.

Рівняння кінетики швидкості росту окремої частинки описують її зростання по відношенню до її розміру та характеризують якісний бік процесу. Рівняння, що відносяться до даної групи, можуть мати як нульовий, так і більш високий порядок. У разі нульового порядку швидкість росту часток не залежить від їх діаметра. В іншому випадку зростання частинки є функцією від її розміру, що за фізичним змістом є розміром окремо взятої частинки [48, 49].

Одним із перших науковців, що намагались описати кінетику росту окремої частинки, був Данлоп [50]. При дослідженні процесу росту важких нафтових залишків на твердому теплоносії в апараті псевдозрідженого шару було доведено, що зростання окремих частинок не залежить від їх розмірів і характеризується рівнянням:

$$D = D_0 + k\tau.$$

Паралельно з Данлопом Лі [51] вивчав процес зневоднення розчинів солей алюмінію й отримав аналогічне рівняння. На відміну від Данлопа, який вважав, що константа швидкості k має однакове значення для всіх частинок, на думку Лі константа швидкості залежить від ряду факторів (витрати розчину, його фізико-хімічних властивостей, швидкості псевдозрідження та ін.).

Гріммет [52] застосував такий підхід під час вивчення процесу кальцинації у псевдозрідженому шарі. Автор отримав рівняння швидкості росту окремої частинки, припустивши, що кожна частка проводитиме в зоні зрошення однакову кількість часу, обертання частинки рівномірне, а також, що поверхня псевдозрідженого шару є сумою поверхонь всіх частинок:

$$\frac{dD_i}{d\tau} = \frac{2P}{\sum_{i=1}^{\infty} (A_i N_i) \rho},$$

де P – витрати твердої фази продукту;

ρ – густина твердої фази продукту;

A_i – поверхня частинки, розмір якої знаходиться в інтервалі i ;

N_i – кількість частинок i -го розміру [52].

У випадку залежності часу перебування частинок в зоні зрошення від їх розміру, вищезазначене рівняння матиме вигляд [52]:

$$\frac{dD_i}{d\tau} = \frac{2P}{\sum_{i=1}^{\infty} (A_i N_i) \rho} (a + bD_i),$$

де a і b – емпіричні константи.

Недолік останнього рівняння – застосування його лише в межах процесу, що розглядається, оскільки значення емпіричних констант зумовлені фізико-хімічними властивостями матеріалу, що розпилюється у псевдозрідженому шарі.

У випадку агломерації, або інтенсивного стирання процес росту гранул не описується рівнянням нульового порядку [50–52].

Такі процеси досліджувались Н.А. Шаховою [53–57]. На основі дослідження процесу укрупнення часток розплавом карбаміду в киплячому шарі, що супроводжується відхиленням від «нормального» зростання гранул, отримано такий вираз кінетики росту еквівалентного діаметра частинок киплячого шару:

$$\frac{dD}{d\tau} = k \frac{2G_M}{\gamma_M F_{ш}} D,$$

де $F_{ш}$ – поверхня часток псевдозрідженого шару;

k – коефіцієнт, що характеризує частку продукту, який йде на утворення нових частинок.

Підхід, що має найбільш загальний характер та широке застосування, ґрунтується на кінетичних рівняннях зміни функції розподілу часток за розмірами. [53–57]

Хатрантоніз [58] наводить рівняння балансу кількості часток у киплячому шарі при усталеному режимі його роботи. При сумісному розв’язку рівнянь

Хатрантоніз та Куні-Левеншпіля [59] отримується функція густини розподілу частинок.

У реальному процесі взаємодія одинарних крапель та гранул ускладнена можливістю контакту гранули з декількома краплинами, передачі частини рідини з гранули на гранулу під час їх тертя, обертання гранули і таке інше [32, 34, 60–62].

Під час дослідження процесу кристалізації з розчинів у киплячому шарі автори [63] при описі процесу агломерації вводять функцію $\phi(v, \omega)$, яка характеризує вірогідність злипання та зіткнення частинок різних фракцій. Зміна гранулометричного складу псевдозрідженого шару описується диференціально-інтегральним рівнянням балансу частинок.

Авторами [64] підсумовано наявні на цей час математичні моделі кінетики процесу гранулювання у псевдозрідженому шарі та об'єднано основні аспекти й результати попередніх науковців у комплексну математичну модель стосовно процесу гранулювання деяких класів мінеральних добрив.

Експериментальні дослідження кінетики росту частинок [38, 45, 47] у псевдозрідженому шарі підтверджують усталений характер залежності збільшення розміру гранул.

В роботі [65] запропоновано визначити гранулометричний склад продукту шляхом сумісного розв'язку рівнянь швидкості росту окремих частинок і розподілення гранул за часом перебування їх в апараті. Так, для полідисперсного рециклу при експоненційному законі росту розмірів частинок та ідеальному перемішуванні в шарі, гранулометричний склад розраховується за виразом [65]:

$$F(d_i) = \sum_{k=1}^{k=n} F(d_i, d_p) \cdot P_k, \quad (1.1)$$

$$F(d_i, d_0) = 1 - \exp \left[\frac{-3 \cdot (Q_M + Q_P)}{K \cdot Q_P (\ln d_i / d_0)} \right], \quad (1.2)$$

де d_0, d_i, d_p – початковий і поточний діаметри частинок шару, діаметр частинок рециклу;

Q_M, Q_p – витрати сухого матеріалу, що вводиться в шар з рідиною і рециклом;

K – коефіцієнт гранулоутворення;

P_K – вміст “ K -ої” фракції в рециклі.

Коефіцієнт K показує, яка доля від введеної з рідкою фазою речовини розподіляється на поверхні частинок. Якщо $K < 1$, утворюються нові частинки – центри грануляції. Для випадку, коли $K > 1$, проходить агломерація частинок. Якщо $K = 1$, то проходить процес грануляції, який характеризується нормальним ростом, це означає, що розпилювання рідини повністю розподіляється на поверхні частинок.

Враховуючи те, що псевдозріджений шар не є однорідним, а містить певну кількість частинок різних розмірів і загальна поверхня частинок є змінною, авторами [66,67] запропоновано описувати таку систему статистичними методами.

Так, О. М. Годесом запропоновано описувати дисперсний склад частинок у псевдозрідженому шарі таким рівнянням [66]:

$$\frac{dp}{d\tau} + \frac{\partial(\lambda p)}{\partial x} = \varphi(x) + \psi(\rho) - G(x), \quad (1.3)$$

де $\varphi(x), \psi(x), G(x)$ – функції розподілення за розмірами частинок, введених в киплячий шар, утворених в шарі і вивантажених частинок;

$\lambda = \frac{\partial x}{\partial \tau}$ – лінійна швидкість росту частинок;

$\rho(x, \tau)$ – функція розподілення частинок за розмірами.

Недоліком моделі є те, що не враховується те, що не всі сухі речовини, які кристалізуються на поверхні центрів грануляції закріплюються на ній, що суттєво впливає на величину лінійної швидкості росту гранул, а також інерційний винос частинок дрібних фракцій.

Автори [67] вважають, що двофазна модель містить в собі відомі модифікації моделей. Хаотичний рух частинок шару, які безперервно міняють положення і швидкість, до деякої міри нагадує рух молекул в газі і рідині. З урахуванням цього для опису структури псевдозрідженого шару можливо застосовувати підходи і методи молекулярної статистичної фізики. Так, якщо для частинок твердої фази ввести функцію розподілення за координатами і швидкостями $f(r, v, t)$ і скласти для них рівняння, виходячи з уявлень кінетичної теорії газів, то отримаємо закономірність:

$$\frac{\partial f}{\partial t} v \nabla_t f + \operatorname{div} \left[\frac{\vec{F}}{m} \right] f = I[f, f_1], \quad (1.4)$$

де $I[f, f_1]$ – зміна числа частинок з даною швидкістю v внаслідок зіткнення з частинками інших швидкостей v_1 ;

\vec{F} – сила, що діє на частинку.

Розв'язок даного рівняння дозволяє описати ряд процесів в псевдозрідженому шарі, однак дана статистична модель не дає пояснення природі циркуляційних потоків в псевдозрідженому шарі при проведенні тепло-масообмінних процесів.

Для моделювання динаміки розподілу розміру гранул в межах процесу, зростання гранул і механізми розпаду можуть бути інтегровані в модель балансів сукупності. Баланс сукупності базується на безперервності для сипких систем, це дає відомості про механізми, які змінюють властивість частинки.

Поглиблене вивчення методів балансів сукупності надають автори [68]. Баланси сукупності були успішно застосовані щодо процесів грануляції, щоб забезпечити розуміння механізмів росту частинок [69–72]. Використання моделювання балансу сукупності проте має ускладнення, тому що кінетичні параметри, потрібні для моделей, виявилися складно передбачуваними і дуже чутливими до робочих режимів і властивостей матеріалу [73]. Тому, хоча моделі балансів сукупності – корисний інструмент, щоб отримати більше розуміння в

експериментальних спостереженнях, вони не достатні для проектування і розвитку моделей процесів грануляції у псевдозрідженому шарі.

Предметом багатьох досліджень псевдозрідження був прогноз гідродинаміки шарів [74, 75]. У останньому десятилітті значні зусилля досліджень були зроблені для розвинення деталізованих моделей мікробалансу для вивчення гідродинаміки псевдозріджених шарів [76–80]. У загальних рисах можуть бути виділені два різні види гідродинамічних моделей, моделі Ейлера і Лагранжа.

У самих недавніх моделях континууму були об'єднані матеріальні рівняння згідно кінетичній теорії гранульованого потоку. Ця теорія – в основному розширення класичної кінетичної теорії газів [81] до щільних сипких потоків, що приймає не ідеальне зіткнення частинка-частинка і опір частинка-газ до уваги.

Один з найголовніших аспектів розвитку моделей гідродинаміки – обережне порівняння прогнозів моделі з чітко визначеними експериментами. Хоча багато було написано про змішування частинок і сегрегацію в псевдозріджених шарах [82–88], важко знайти будь-яку інформацію про просторовий розподіл і величину сегрегації [89–93].

В процесі гранулоутворення гуміново-мінеральних добрив з застосуванням техніки псевдозрідження необхідно врахувати полідисперсну природу вихідного розчину, баланс між внутрішнім та зовнішнім рециклом та взаємовплив технологічних факторів безперервного процесу, що дозволить отримати гранули з рівномірним розподіленням гумінових, мінеральних, розкислюючих й поживних компонентів по всьому об'єму гранули.

Наведені математичні моделі не враховують стохастичну природу процесу гранулоутворення і взаємовплив факторів, які визначають динаміку процесу та якість кінцевого продукту. Використання статистичних методів з урахуванням взаємовпливу параметрів процесу дозволить визначити умови проведення стійкого процесу, а також, при необхідності, адекватної їх зміни.

РОЗДІЛ 2

МОДЕЛЮВАННЯ ПРОЦЕСІВ ГРАНУЛОУТВОРЕННЯ МІНЕРАЛЬНО-ГУМІНОВИХ ДОБРИВ

2.1 Обґрунтування фізичної моделі утворення мінерально-гумінових добрив за рахунок масової кристалізації

Складні багатофакторні процеси утворення добрив з пошаровою структурою з рідких систем умовно можна розділити на дві стадії: перша – процеси переносу при міжфазному контакті та здійснення масової кристалізації з одночасним формуванням твердого композиту у вигляді сфероподібної гранули, та друга – організація процесу гранулоутворення в дисперсних системах із застосуванням техніки псевдозрідження.

Основними вимогами до мінерально-гумінових добрив є:

- рівномірність розподілення компонентів мінерального та органічного походження по всьому об'єму гранул;
- сферична форма;
- вміст гранул діаметром $1,5 \leq d \leq 4,5$ мм становить 90% мас.;
- міцність не менше 10 Н на гранулу.

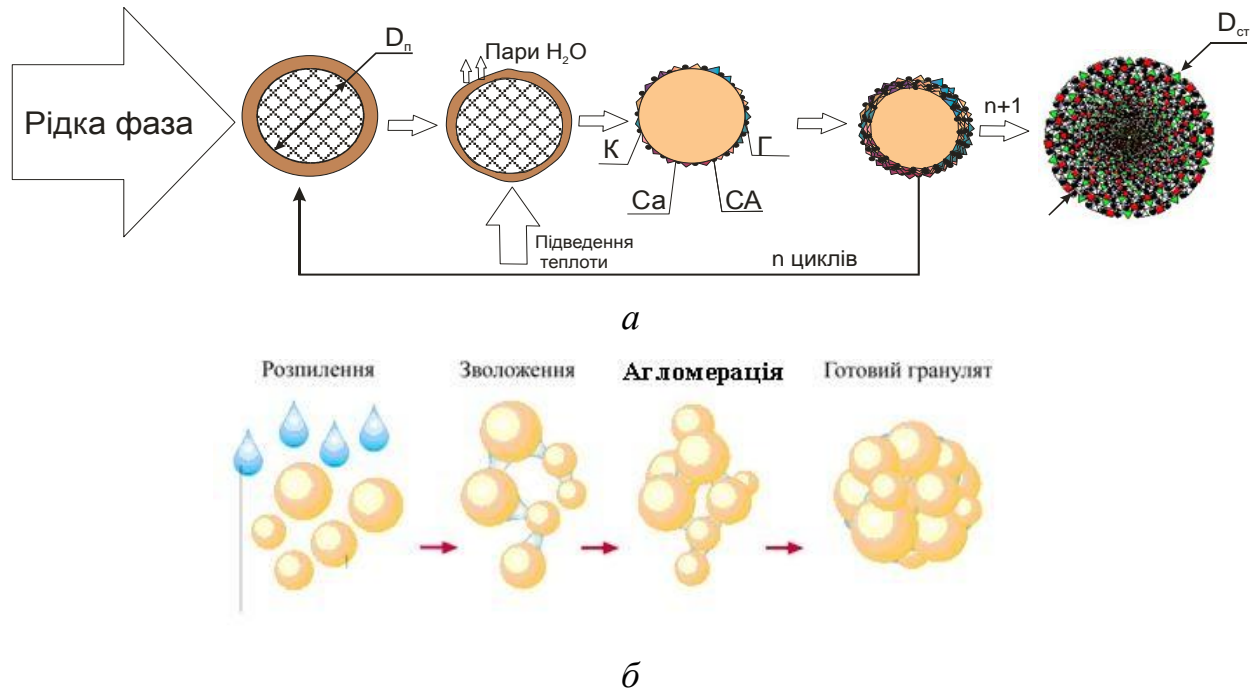
У випадку використання в якості сировини водних розчинів сульфату амонію виробництва капролактаму найбільш доцільною є масова кристалізація з рідких систем, які одночасно містять і гумінові речовини. Інтенсивне підведення теплоти до рідкої фази та колоїдні частинки органічних речовин визначають розмір мікрочастин на рівні 10^{-7} – 10^{-6} м.

Сульфат амонію є фізіологічно кислим добривом, тому для зниження його кислотності доцільно вводити до складу композиту і кальцієвовмісні речовини, наприклад, CaCO_3 , в дрібнодисперсному стані.

Для одержання твердих композитів у вигляді сфероподібних частинок з розміром 1,5–4,5 мм необхідно здійснити після масової кристалізації ще й

релаксацію утвореного мікросферу на поверхні частинки для забезпечення заданої міцності.

Для реалізації цього способу найбільш доцільно застосувати масову кристалізацію із розчинів в дисперсних динамічних системах. При цьому можливі такі механізми утворення твердих композитів, рисунок 2.1.



а – грануляція за рахунок масової кристалізації з утворенням пошарової структури;

б – грануляція за рахунок агломерації.

Рисунок 2.1 – Можливі механізми утворення мінерально-гумінових добрив

Механізм, рисунок 2.1 *а*, є найбільш прийнятним для утворення композитів з пошаровою структурою, що забезпечує рівномірне розподілення композитів на нанорівні, й здійснюється за такою послідовністю: рідка фаза диспергується в двофазну систему зернистий матеріал – газовий теплоносіє, і за рахунок дії адгезійно-сорбційних сил утримується на поверхні твердих частинок у вигляді надтонкої плівки, до якої від нагрітих твердих частинок і газового теплоносія підводиться теплота. Це призводить до інтенсивного випаровування розчинника, в результаті чого на поверхні твердих частинок

утворюється тонкий шар з мікрокристалів мінеральних речовин та осаджених між ними колоїдних часток гумінових сполук з розмірами 10^{-6} – 10^{-7} м.

Одержаний готовий продукт – 90% за масою сфероподібних частинок з розмірами 1,5–4,5 мм.

Розрахункова кількість шарів для гранули діаметром 2,5 мм може досягати 500, що і забезпечує. Завдяки цьому буде досягатись рівномірність розподілення мікро- та макродомішок в усьому об'ємі гранули.

Для реалізації пошарового механізму утворення композитів необхідно забезпечити послідовне проходження кожною частинкою описаних технологічних стадій процесу, рисунок 2.1 *a*.

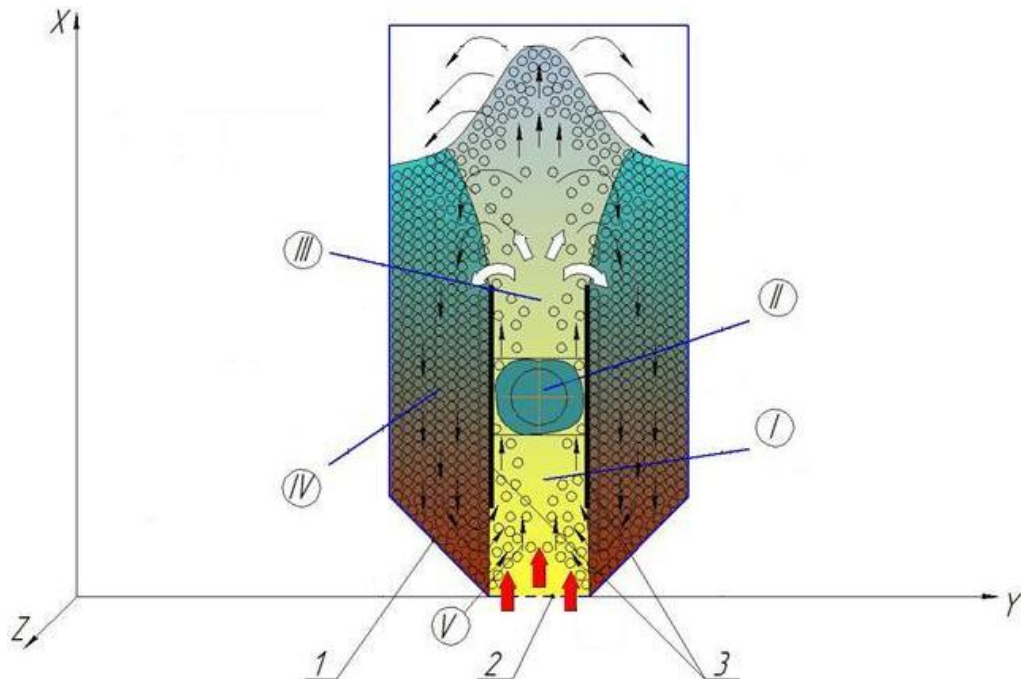
2.1.1 Фізична модель утворення мінерально-гумінових добрив при зневодненні рідких систем у псевдозрідженому шарі

Механізм утворення мінерально-гумінових добрив в апараті з псевдозрідженим шаром наведено на рисунку 2.2.

Фізичну модель процесу зневоднення та грануляції розчинів у псевдозрідженому шарі можна умовно представити у вигляді ряду послідовних процесів:

- псевдозрідження твердих частинок нагрітим теплоносієм (зона *I*);
- розподілення рідкої фази по поверхні частинок (зона *II*);
- випаровування вологи з поверхні частинок (зона *III*);
- кристалізація розчинів на поверхні частинок, що зумовлює збільшення їх розмірів (зона *IV*);
- вивантаження гранульованого продукту;
- стабілізація дисперсного складу частинок в апараті, що здійснюється за рахунок подрібнення частини гранул з розміром більше 2,5 мм –

внутрішній рецикл, або шляхом введення нових центрів грануляції із зовні – зовнішній рецикл.



I – зона інтенсивного теплообміну; *II* – зона введення рідкої фази; *III* – зона масообміну та перерозподілу вологи між твердими частинками; *IV* – зона релаксації та масової кристалізації (низхідний потік); *V* – зона інтенсивного вертикального руху (висхідний потік); 1 – корпус апарату; 2 – газорозподільний пристрій, 3 – вертикальні вставки

Рисунок 2.2 – Схема утворення багатошарових мінерально-гумінових добрив при зневодненні рідких систем у псевдозрідженому шарі

Така схема організації дозволяє застосування теплового носія, температура якого в декілька разів перевищує температуру плавлення матеріалу, що суттєво підвищує ефективність процесу зневоднення.

Процес зневоднення рідини на окремій гранулі можна представити, як: в зоні зрошування рідка фаза наноситься на поверхню гранул й частково поглинається за рахунок сорбції. Глибина проникнення сорбційного фронту всередину гранули визначається тепловим балансом окремої гранули. При цьому до плівки рідини підводиться теплота з двох сторін: конвективно від зріджувального агента і кондуктивно від гранули. Якщо сумарна кількість

теплоти, підведеної до гранули, буде достатньою для випаровування вологи, то кристалізація розчину починається на поверхні гранули, що і зумовлює збільшення її розміру.

У випадку, коли кількість теплоти є недостатньою для видалення вологи, що потрапила на гранулу з розчином, відбувається повне вбирання розчину всіма порами гранули, внаслідок чого вона зволожується і її температура зменшується конвективно від нагрітого теплоносія. При досягненні на поверхні рівноважної вологості, температура гранули підвищується до температури теплоносія в псевдозрідженому шарі, тобто до 100–110 °С. Таким чином, градієнти вологовмісту і температури в гранулі спрямовані назустріч один одному. Внаслідок цього кристалізація розчину починається з поверхні гранули, що призводить до закупорки пор гранули. При багаторазовому повторенні таких циклів проходить сильна закупорка каналів пор гранул, особливо в великих гранулах, і при досягненні температури 100–110 °С, зростає тиск пари всередині гранули, що спричинює її подрібнення. Утворені осколки великої гранули, розміри яких не менше третини максимального діаметру, стають новими центрами грануляції. Тобто реалізується внутрішній рецикл.

Крім того, поряд з процесом кристалізації розчинів на поверхні частинок і утворення шару твердої речовини, проходить стирання гранул при їх русі у псевдозрідженому шарі. Тому лінійною швидкістю зросту гранули є результат взаємодії двох цих процесів.

Важливою умовою стійкого процесу є забезпечення балансу кількості частинок в системі. Приріст маси частинок в псевдозрідженому шарі здійснюється за рахунок кристалізації розчину на їх поверхні. Дотримання умови постійного гідравлічного опору псевдозрідженого шару (маси шару), призведе до зменшення числа частинок, і отже, до зменшення їх сумарної поверхні. Виконання цієї умови відбувається за рахунок вивантаження окремих частинок, що є основною причиною зменшення кількості частинок в апараті. Тому зменшення кількості частинок компенсується за рахунок подрібнення

великих гранул, тобто за рахунок безрециклового процесу. У випадку, якщо потужність утворення нових центрів грануляції буде недостатньою, необхідно вводити нові центри грануляції із зовні – зовнішній рецикл.

Метою проведення досліджень є визначення закономірностей процесу одержання мінерально-гумінових композитів різного хімічного складу з пошаровою структурою, необхідних для стабілізації дисперсного складу в апараті.

2.2 Математична модель утворення багат шарових мінерально-гумінових добрив

На підставі фізичної моделі утворення твердих композитів в псевдозрідженому шарі для математичної моделі приймалися такі припущення:

- рідка фаза формується на розвиненій поверхні твердих частинок у вигляді надтонкої плівки за рахунок дії адгезійно-сорбційних сил;
- теплота, яка підводиться до плівки рідини від нагрітої гранули і зріджуючого агента – теплоносія, є достатньою для повного випаровування розчинника та утворення на її поверхні композитного мікросферу, який зумовлює збільшення її розмірів;
- новоутворений на поверхні шар, що містить мікрочастинки мінерального та органічного походження, частково стирається при хаотичному русі гранул у псевдозрідженому шарі;
- у псевдозрідженому шарі після зони зрошення існують вологі гранули, які поглинають теплоту за рахунок випаровування розчинника та сухі, більш нагріті, які віддають теплоту;
- розташування вологих гранул між сухими підпорядковуються нормальному закону розподілення;
- зіткнення гранул між собою носить короточасний характер, тому кондуктивним теплообміном між ними можна зневажити;

- механізм теплообміну в теплоносії ґрунтується на вимушеній конвекції, а в гранулах на теплопровідності;
- маса рідини, що утримується гранулою, пропорційна її поверхні;
- на відстані $10-15D_e = 25-37$ мм від газорозподільного пристрою відбувається практично повна реалізація корисної різниці між температурою теплоносія на вході $T_{вх}$ та у псевдозрідженому шарі $T_{ш}$;
- теплоносій є нестисливою рідиною [65];
- гранули мають сферичну форму.

В основу математичної моделі процесу гранулоутворення покладена статистична модель рівняння суцільності розмірів у просторі [65]. У відповідності з цим рівнянням баланс кількості частинок у заданому об'ємі має вигляд:

$$\frac{\partial f(v)}{\partial \tau} + \frac{\partial f(\lambda_v)}{\partial v} = 2 \cdot \int_{u=0}^{u=\infty} P(u, v) f(u) du - \int_{\omega=0}^{\omega=v} P(v, \omega) f(\omega) d\omega - K \cdot f(v),$$

де $f(v)$ – функція розподілення числа частинок по об'єму $1/m^3$;

λ_v – об'ємна швидкість гранул, $m^3/год$;

K – константа вивантаження, $1/год$;

$\int_{u=0}^{u=\infty} P(u, v) f(u) du$ – функція джерела частинок, які утворюються за

рахунок подрібнення гранул;

$\int_{\omega=0}^{u=\infty} P(v, \omega) f(\omega) d\omega$ – функція витоку частинок.

При цьому приймається, що весь матеріал з рідкої фази осідає на поверхні гранул.

В реальних умовах на поверхні гранул осаджується не весь матеріал [94, 95], після заміни розподілення числа частинок в об'ємі на розподілення маси частинок за діаметром отримаємо рівняння:

$$\frac{\partial g}{\partial \tau} + 2 \left[\Lambda \frac{\partial g}{\partial D} + g \frac{\partial \Lambda}{\partial D} - \frac{3\Lambda g}{D} \right] = -S\psi Kg + \phi(D), \quad \tau > 0, \quad 0 < D < \infty, \quad (2.1)$$

де g – функція масового розподілення гранул за діаметром, мм^{-1} ;

τ – час, год;

D – поточний діаметр гранул, мм;

Λ – лінійна швидкість росту гранул, мм/год;

S – функція сепарації;

ψ – коефіцієнт гранулоутворення;

K – константа вивантаження, год^{-1} ;

ϕ – функція потужності джерела та стоку гранул, $(\text{мм}\cdot\text{год})^{-1}$

Константа вивантаження реального продукту K^* розраховується, як:

$$K^* = K\psi = \frac{V_M^*}{V_{\text{шару}}} = \frac{G_M\psi}{G_{\text{шару}}} = \frac{G_{\text{зр}}}{G_{\text{шару}}} = \text{const},$$

тоді можна записати, що

$$V_{\text{шару}} = \frac{V_M^*}{K\psi}, \quad (2.2)$$

де K^* – фактична константа вивантаження готового продукту, год^{-1} ;

V_M^* – об'єм матеріалу, що осаджується на гранулах за одиницю часу, $\text{м}^3/\text{год}$;

$V_{\text{шару}}$ – об'єм псевдозрідженого шару, м^3 ;

$G_{\text{шару}}$ – маса гранульованого продукту в псевдозрідженму шарі, кг;

G_M – маса матеріалу, що надходить в апарат за одиницю часу (витрати), $\text{кг}/\text{год}$;

$G_{\text{гр}}$ – маса матеріалу, що осаджується на гранулах за одиницю часу, $\text{кг}/\text{год}$.

Зв'язок між лінійною швидкістю росту гранул і функцією масового розподілення описується рівнянням:

$$\int_0^{\infty} \pi D^2 \Lambda \tau, D \frac{D^3}{\pi D^5} g(D) \frac{\pi D^2}{2} dD = V_M^*,$$

або

$$\frac{\pi D_e^3}{2} \int_0^\infty \Lambda \tau, D \frac{g(D)}{D} dD = V_m^*, \quad (2.3)$$

$$\int_0^\infty \frac{\pi D^3}{6} \frac{\hat{D}_e^3}{\pi D^5} g(D) \frac{\pi D^2}{2} dD = V_{\text{шару}},$$

з урахуванням (2.2) можна записати:

$$K\psi \frac{\pi D_e^3}{12} \int_0^\infty g(D) dD = V_m^*, \quad (2.4)$$

прирівнюючи праві частини (2.3) і (2.4), отримаємо:

$$\frac{\pi D_e^3}{2} \int_0^\infty \Lambda \tau, D \frac{g(D)}{D} dD = K\psi \frac{\pi D_e^3}{12} \int_0^\infty g(D) dD,$$

або

$$\int_0^\infty \Lambda \tau, D \frac{g(D)}{D} dD = \frac{K\psi}{6} \int_0^\infty g(D) dD, \quad (2.5)$$

$$D_e = \int_0^\infty D g(D) dD. \quad (2.6)$$

Формула (2.6) – еквівалентний діаметр гранул в апараті з псевдозрідженим шаром, мм.

Початкові умови:

$$g_0(D, \tau=0) = f(D). \quad (2.7)$$

Граничні умови:

$$g(D=0, \tau>0) = 0; g(D=\infty, \tau>0) = 0. \quad (2.8)$$

$$\int_0^\infty g(D) dD = 1, \quad (2.9)$$

де $g(D)$ – нормована функція розподілу гранул за діаметром.

За результатами попередніх експериментів було визначено, що гранули мають нульовий порядок росту, тобто $\frac{\partial \Lambda}{\partial D} = 0$. Тоді (2.1) набуває вигляду:

$$\frac{\partial g}{\partial \tau} + 2 \left[\Lambda \frac{\partial g}{\partial D} - \frac{3\Lambda g}{D} \right] = -S\psi K g + \varphi(D), \quad \tau > 0, 0 < D < \infty. \quad (2.10)$$

Звідки лінійна швидкість росту гранул визначиться як:

$$\Lambda \tau = \frac{K\psi}{6 \int_0^{\infty} \frac{g(D)}{D} dD}, \quad (2.11)$$

а функція потужності джерела центрів грануляції визначиться, як:

$$\varphi(D) = \frac{\partial g}{\partial \tau} + 2 \left[\Lambda \frac{\partial g}{\partial D} - \frac{3\Lambda g}{D} \right] + S\psi Kg, \quad (2.12)$$

Для стаціонарного процесу, коли $\partial g / \partial \tau = 0$ рівняння (2.12) набуває вигляду:

$$\varphi(D) = 2 \left[\Lambda \frac{\partial g}{\partial D} - \frac{3\Lambda g}{D} \right] + S\psi Kg. \quad (2.13)$$

Для стабілізації дисперсного складу в апараті при загальному вивантаженні розраховуємо потужність узагальненої функції джерела нових центрів грануляції, яка реалізується у вигляді зовнішнього та внутрішнього рециклу:

$$\varphi(D) = \varphi_{\text{зов}} + \varphi_{\text{вн}}, \quad (2.14)$$

де $\varphi_{\text{зов}}$ – потужність зовнішнього джерела, 1/(мм·год),

$\varphi_{\text{вн}}$ – потужність внутрішнього джерела, 1/(мм·год).

З рівняння (2.13) розраховуємо потужність розрахункової функції джерела і стоку гранул $\varphi(D)$, яка забезпечує стабілізацію дисперсного складу і порівнюємо з потужністю, визначеною з експерименту $\varphi_{\text{вн}}(D)$. Тоді потужність зовнішнього джерела (компенсаційної функції) визначиться за виразом:

$$\Delta\varphi = \varphi_{\text{зов}} = \varphi(D) - \varphi_{\text{вн}}(D). \quad (2.15)$$

Для розрахунку функції потужності джерела та стоку $\varphi(D)$ і, відповідно, функції зовнішнього рециклу необхідно встановити закон масового розподілення гранул у псевдозрідженому шарі.

Попередніми дослідями встановлено, що масове розподілення гранул в апараті з вірогідністю 1,5 описується гамма-розподіленням [94–96] в діапазоні зміни еквівалентного діаметра від 0,5 до 3,5 мм:

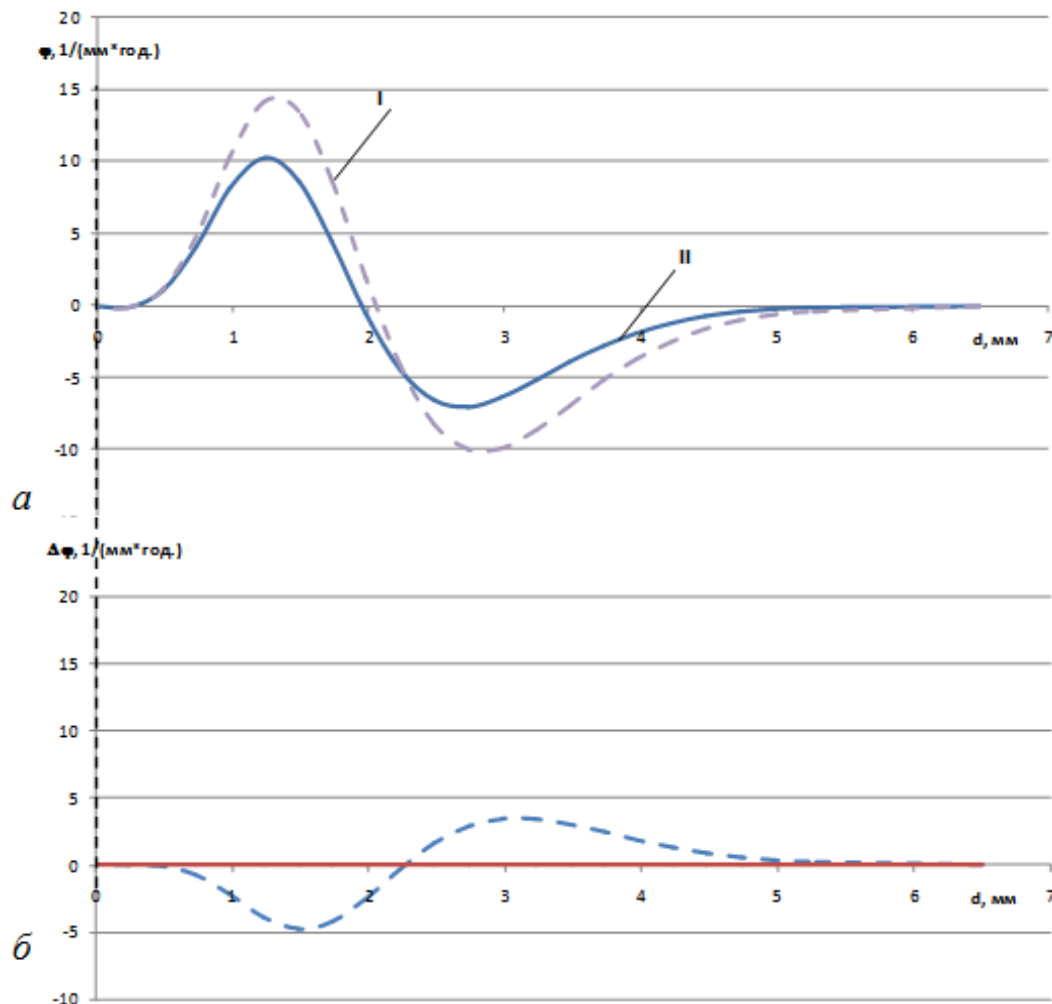
$$g = \frac{z^n}{(n-1)!} D^{*n-1} e^{-zD^*}, \quad (2.16)$$

де z, n – параметри гамма-розподілення;

$$D^* = D - D_{\text{вин}};$$

$D_{\text{вин}} = 0,25$ мм – граничний діаметр часточок, що виносяться із шару (апарату) [101,102].

Метод визначення потужності джерела нових центрів грануляції для стабілізації дисперсного складу частинок в апараті полягає в тому що, за даними реального процесу вона розраховується за відповідною методикою, рисунок 2.3 а, крива I.



а – Загальний вигляд функції потужності джерела і стоку: експериментальної I та розрахункової – II

б – функція потужності зовнішнього джерела і стоку $\Delta\varphi = f(d)$

Рисунок 2.3 Розрахунок функції потужності джерела і стоку

Розрахункова функції потужності нових центрів грануляції, що забезпечує стабілізацію дисперсного складу в апараті в діапазоні значень 1,5–4,5 мм, рисунок 2.3, крива II. Відмінність значень функцій джерела і стоку в області $0.5 \leq d \leq 2,2$ мм визначає потужність зовнішнього джерела нових центрів грануляції, рисунок 2.3 б, а в діапазоні значень $2,2 \leq d \leq 5,0$ мм – інтенсивність виведення з апарату частинок у вигляді готового продукту або частково направлених на подрібнення.

У випадку достатньої потужності внутрішнього джерела центрів грануляції компенсаційна функція $\Delta\varphi=0$.

Розрахунок масових витрат рециклу проводиться за формулою:

$$G_{\text{рец}} = G_{\text{гр}} \left(\frac{D_e - 2(D_{e_2} - D_{e_1})}{D_{e_2}} \right)^3 \Delta q,$$

де $G_{\text{гр}}$ – масова продуктивність за гранульованим продуктом, кг/год;

$[D_e]$ – заданий еквівалентний діаметр $[D_e]=2,3$ мм;

D_{e1} – початкове значення еквівалентного діаметру частинок в апараті в інтервалі часу $\Delta\tau$, год;

D_{e2} – кінцеве значення еквівалентного діаметру частинок в апараті в інтервалі часу $\Delta\tau$, год;

Δq – корегуючий коефіцієнт, що визначається, як $\Delta q = \int_0^5 \Delta\varphi(d) dd$ для

кожного хімічного складу рідкої фази за попередніми дослідженнями.

Для забезпечення сталості маси шару в апараті перед подачею зовнішнього рециклу необхідно зменшити масу шару на величину рециклу.

2.2.1 Числовий розв'язок математичної моделі

Методика числового розв'язку задачі (2.1)–(2.13) ґрунтується на методі кінцевих різниць [94].

Застосовуючи до (2.10) на регулярному сітковому шаблоні неявну схему з односторонніми різницями назад, отримаємо

$$\frac{g_i^{k+1} - g_i^k}{\Delta\tau} + 2\Lambda^k \frac{g_i^{k+1} - g_{i-1}^{k+1}}{h} - 6\Lambda^k \frac{g_i^{k+1}}{D_i} = -S\Psi K g_i^{k+1} + \varphi_i^k + O(h + \tau),$$

$$D_i = h(i-1), \quad 0 < D_i < D' \quad (2.17)$$

$$g_i^{k+1} = 0; \quad g_i^0 = g^0(D_i), \quad \int_0^{D'} g_0(D) dD = 1, .$$

де $i = 1, \dots, n$; $k = 0, \dots, m$; індекс i – належить до координати, а k – до часу;

$\Delta\tau$ – крок інтегрування за часом;

h – крок інтегрування по координаті;

D' – максимальний розмір гранул в шарі.

Сітковий аналог (2.17) рівняння (2.10) має 1-й порядок апроксимації як за координатою, так і за часом.

З (2.17) отримаємо схему для визначення g_i^{k+1} , $i = 2, \dots, n$

$$g_i^{k+1} = g_i^k + \gamma g_{i-1}^{k+1} + \varphi_i \Delta\tau \left/ \left(1 + \gamma - \frac{6\Lambda^k}{D_i} \Delta\tau + S\Psi K \Delta\tau \right) \right., \quad (2.18)$$

$$\text{де } \gamma = \frac{2\Lambda^k \Delta\tau}{h}.$$

$$\text{Умова стійкості (2.18) } - \gamma - \frac{6\Lambda^k}{D_i} + S\Psi K \Delta\tau > 1.$$

Λ^k – визначається з (2.11) з використанням числового інтегрування методом трапецій:

$$\Lambda^k = \frac{K\Psi}{6 \sum_{i=1}^{n-1} \frac{D_{i+1} + D_i}{2} h}. \quad (2.19)$$

Функція джерела і стоку часточок визначається після апроксимації коефіцієнтів n та z , як:

$$\varphi(D) = \frac{z^n}{(n-1)!} D^{*(n-1)} \cdot e^{-zD^*} \{ 2b[(n-1) - zD^*] + K\Psi S - 6b \}, \quad (2.20)$$

$$\text{де } b = \frac{K}{6}\psi.$$

Для використання виразу (2.20) в (2.18) необхідно виконувати корекцію φ по нестационарній ділянці роботи апарату і по нормуванню функції масового розподілення гранул.

В нестационарному і стаціонарному процесах $\int_0^{\infty} \varphi(D) dD = 0$, тобто, повинен існувати баланс між джерелом і стоком часток.

Задані величини для проведення розрахунку:

S – функція сепарації;

ψ – коефіцієнт гранулоутворення;

K – константа вивантаження, 1/год;

$G_{\text{шару}}$ – маса матеріалу в апараті, кг;

ρ_m – густина сухого матеріалу, кг/м³;

$g^0(D)$ – функція масового розподілення гранул за діаметром, 1/мм;

z, n – параметри гамма-розподілення для $g(D)$.

2.2.2 Алгоритм розв'язку

1. Час $\tau_0=0$, $k=0$. Розрахунок початкового розподілення масових часток гранул $g_i^0(D_i)$ за формулою (2.16).

Функція джерела і стоку часток (гранул) $\varphi = 0$.

2. Розрахунок:

– еквівалентного діаметру гранул D_e^0 по (2.6);

– лінійної швидкості росту гранул Λ^0 по (2.11);

3. Розрахунок розподілення масових часток гранул за діаметром $g_i^{k+1}(D_i)$, $i = 1, \dots, n$ на верхньому рівні часу τ_{k+1} по (2.17). При цьому функція джерела (2.20) уточнюється таким чином: від'ємне крило функції φ на нестационарній

ділянці роботи апарату уточнюється за допомогою поправки $\varphi(\tau)$, яка визначається з експериментальних даних в залежності від хімічного складу вихідного розчину і знаходиться в межах $0 \dots 1$. В стаціонарному процесі $\varphi(\tau)=1$;

4. Час $\tau_{k+1}=\tau_k+\Delta\tau$, $k=k+1$.

5. Розрахунок

– еквівалентного діаметру гранул D_e^k по (2.6)

$$D_e^k = \sum_{i=1}^{n-1} \frac{D_{i+1}g_{i+1}^k + D_i g_i^k}{2} h; \quad (2.21)$$

– лінійної швидкості росту гранул Λ^k по (2.11);

– функції джерела і стоку гранул φ_i^k по (2.20);

– масових часток зазначених фракцій гранул за формулою

$$g_\ell^k = \int_{D_j}^{D_{j+1}} g^k dD = \sum_{i=n1}^{n2-1} \frac{g_{i+1}^k + g_i^k}{2} h, \quad (2.22)$$

де ℓ – номер фракції; D_j - D_{j+1} – розмір фракції;

– кількість гранул в шарі за формулою:

$$N = \frac{G_{\text{шару}}}{\rho_m} \frac{6}{\pi D_e^3}. \quad (2.23)$$

– поверхні гранул за формулою:

$$S_{\text{гр}} = \pi D_e^2 N. \quad (2.24)$$

6. Якщо $\tau \leq \tau_{\text{кін}}$, то розрахунок повторюється з п. 3, інакше розрахунок закінчується.

2.3 Визначення області ефективного проведення процесу

Процес одержання добрив з рідких систем при наявності фазового переходу пов'язаний із значними витратами енергії. Тому ефективність процесу визначається двома параметрами: коефіцієнтом гранулоутворення ψ та відповідністю дисперсного складу одержаного продукту заданому.

Коефіцієнт гранулоутворення визначається за виразом:

$$\psi = \frac{G_{\text{пр}}}{G_{\text{м}}} \cdot 100\%, \quad (2.25)$$

де $G_{\text{пр}}$ – масова продуктивність гранульованого продукту, кг/год;

$G_{\text{м}}$ – кількість матеріалу, що надходить до апарату з вихідним розчином за одиницю часу, кг/год.

Оцінка відповідності дисперсного складу продукту заданому визначалась як функція втрат якості Тагучі [103].

Функція втрат Тагучі $L(y)$ має вигляд [103, 104]:

$$L(y) = k (y-T)^2$$

де y – дійсне значення;

T – задане значення;

k – коефіцієнт пропорційності.

Враховуючи те, що масовий розподіл частинок в апараті описується гамма-функцією, і залежить від параметрів розподілення n і z , ступінь відхилення від заданого буде визначатися якраз різницею їх значень.

Тоді для оцінки відповідності необхідно виконати задача апроксимацію поточних масових розподілів гранульованого продукту. Для цього запропоновано для кожного моменту часу за даними ситового аналізу проводити апроксимацію масового розподілу, що описується гамма-функцією (2.16), за допомогою логарифмування у вигляді:

$$\ln g = \ln z - \ln(n-1)! + (n-1) \ln D^* - zD^*. \quad (2.26)$$

Рівняння (2.26), розв'язане відносно діаметра, можна представити у вигляді:

$$\ln g = a_0 + a_1 \ln D^* + a_2 D^*,$$

де $a_0 = \ln z - \ln(n-1)!$, $a_1 = n-1$, $a_2 = -z$,

з якого методом найменших квадратів визначають коефіцієнти гамма-розподілення n і z . Отже, задане масове розподілення з параметрами n_T і z_T запишеться:

$$g_T = \frac{z^{n_T}}{(n_T - 1)!} D^{*(n_T-1)} \cdot e^{-z_T D^*}.$$

Тоді, як поточне масове розподілення гранул буде відрізнятися тільки значеннями коефіцієнтів n_Y і z_Y :

$$g_Y = \frac{z^{n_Y}}{(n_Y - 1)!} D^{*(n_Y-1)} \cdot e^{-z_Y D^*}.$$

Відповідно, отримаємо модифіковану функцію втрат якості дисперсного складу у вигляді:

$$L = k_1(z_Y - z_T)^2 + k_2(n_Y - n_T)^2, \quad (2.27)$$

де z_Y , z_T , n_Y , n_T – відповідно фактичні та задані значення параметрів γ -розподілення, k_1 , k_2 – коефіцієнти впливу, де фактичні значення визначені за результатами експериментальних досліджень [105,106].

На рисунку 2.4 наведено приклад апроксимації дисперсного складу гранул в апараті при $D_e = 2,3$ мм, який відповідає вимогам, частинки з розміром $1,0 \leq D \leq 4,5$ мм складають 90% мас., де $D_e = n/z = 2,3$ [107].

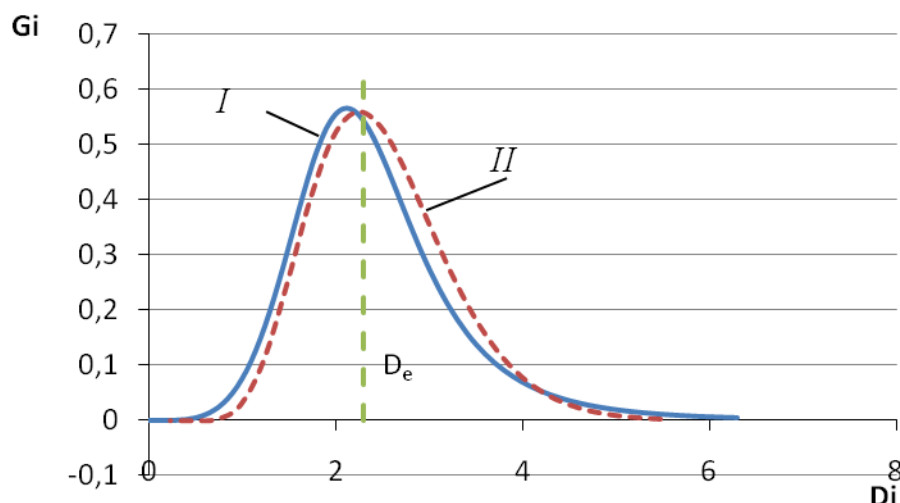
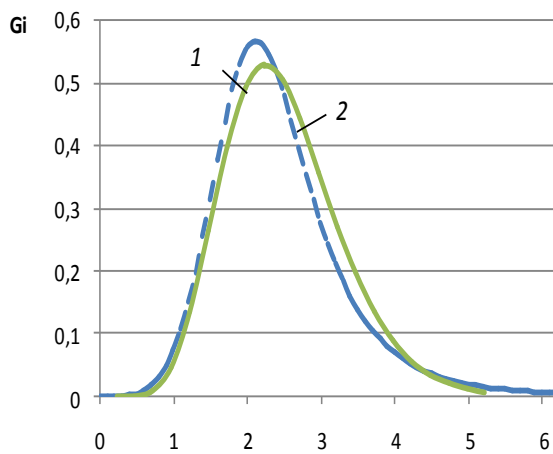


Рисунок 2.4 – Заданий розподіл продукту *I* в інтервалі 1,0 – 4,0 та його апроксимація гамма-функцією *II* ($n_T = 9$, $z_T = 3,9$)

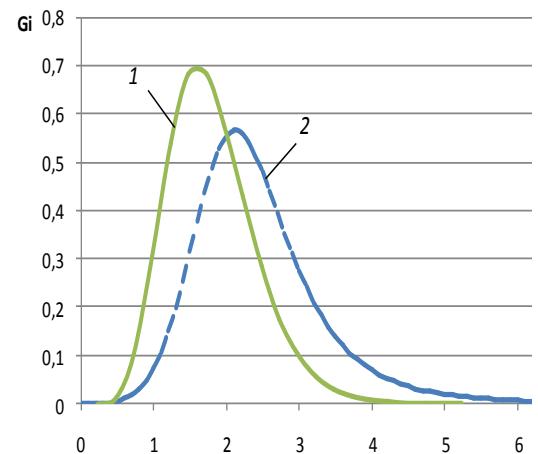
Коефіцієнти впливу функції втрат якості, виходячи з теорії, повинні давати в сумі одиницю. Для визначення їх можливо застосувати наступний алгоритм:

1. Визначити вплив відхилення розподілення гранул за діаметром від заданого при зміні коефіцієнта n на одиницю.
2. Визначити вплив відхилення розподілення гранул за діаметром від заданого при зміні коефіцієнта z на одиницю.
3. Обрахувати значення $\Delta_i = g_z(D) - g_n(D)$, де $g_z(D)$ відповідає заданому розподіленню, $g_n(D)$ – поточне розподілення для отриманих n та z .
4. Визначити величину зміни $\Delta_{np} = |\Delta_i - \Delta_{i+1}|$.
5. За усередненою величиною різниці Δ_{np} при зміні n та z визначити коефіцієнти впливу для розрахунку функції Тагучі.

Результати розрахунків наведено в таблиці 2.1 та на рисунку 2.5



a



б

1 – розподілення, отримане при зміні коефіцієнту, *2* – задане розподілення *a* – вплив коефіцієнта z , *б* – вплив коефіцієнта n на масові розподіли гранул за діаметром.

Рисунок 2.5 – До розрахунку коефіцієнтів впливу функції L

Таблиця 2.1 – Розрахунок коефіцієнтів впливу на апроксимацію масового розподілення

n	9	10	11	12	13	14	15	16
$g(D)$	0,399666	0,399148	0,398037	0,39587	0,391997	0,385608	0,37582	0,3618
Δ_{iN}	0,59414	0,594658457	0,595769	0,597936	0,601809	0,608198	0,61798	0,6319
Δ_{npN}	0,000518	0,001111	0,002167	0,003873	0,006389	0,009785	0,01398	
z	4	5	6	7	8	9	10	11
$g(D)$	0,399666	0,399992	0,400001	0,400006	0,400014	0,400026	0,40003	0,4000
Δ_{iz}	0,59414	0,593814457	0,593805	0,5938	0,593792	0,59378	0,59377	0,5938
Δ_{npZ}	0,000326	$9 \cdot 10^{-6}$	$5E \cdot 10^{-6}$	$8E \cdot 10^{-6}$	$1,2 \cdot 10^{-5}$	$5 \cdot 10^{-6}$	$3 \cdot 10^{-5}$	

Середня величина Δ_{np} для зміни коефіцієнта n була отримана $\Delta_{npN} = 0,005404$, а для зміни коефіцієнта z $\Delta_{npZ} = 5,64286 \cdot 10^{-5}$

Тому, виходячи з порядків коефіцієнтів Δ_{npN} та Δ_{npZ} отримаємо коефіцієнти $k_1 = 0,25$, $k_2 = 0,75$.

2.4 Методика експериментальних досліджень

Метою експериментальних досліджень є визначення закономірностей безперервного процесу утворення мінерально-гумінових добрив із заданими фізико-хімічними властивостями.

Для забезпечення умов фізичної моделі досліди проводились в грануляторі з псевдозрідженим шаром, який має форму комірки у вигляді паралелепіпеда, в нижній частині якого розташовано газорозподільний пристрій (ГРП).

В якості початкових центрів грануляції використовувались кристали сульфату амонію, або дрібні гранули. Температура нагрітого теплоносія на вході до гранулятора підтримувалась на рівні 160–220 °С, температура у псевдозрідженому шарі підтримувалась в межах – 80–102 °С, шляхом зміни витрат рідкої фази, яка за допомогою спеціальних пристроїв диспергувалась всередину псевдозрідженого шару.

Композитний розчин готувався на основі 40%(мас.) водяного розчину сульфату амонію з рН=6,5–7,6 з домішками гумінових речовин та K_2SO_4 , $CaCO_3$.

В стаціонарному процесі безперервно вимірювались і періодично, через кожні 20 хвилин, фіксувались з точністю $\pm 0,5^\circ C$ температура теплоносія в шарі і на вході в апарат. Витрати повітря вимірювались за допомогою камерної діафрагми з точністю $\pm 0,5$ м³/год, а витрати рідкої фази визначались за зміною маси за певний проміжок часу із застосуванням електричних ваг, з точністю $\pm 0,005$ кг. Час дослідів вимірювався спеціальним хронометром з точністю ± 30 с. Періодично, з інтервалом 20 хвилин, відбиралися проби (100 г) для проведення ситового аналізу.

При проведенні дослідів висота псевдозрідженого шару визначалась через його гідравлічний опір в діапазоні 1800–2500 Па і вимірювалась водяними U-подібними диференційними манометрами з точністю ± 20 Па.

За результатами експериментів визначались:

Еквівалентний діаметр частинок у псевдозрідженому шарі:

$$D_e = \frac{1}{\sum \frac{X_i}{d_i}}, \quad (2.28)$$

де X_i – масова частка i -тої фракції (визначається за даними ситового аналізу);

d_i – середній діаметр i -тої фракції, що визначається як середнє геометричне:

$$d_i = \sqrt{d_1 \cdot d_2},$$

де d_1, d_2 – розміри отворів двох сусідніх сит при проведенні ситового аналізу, мм.

Розподіл маси гранул за розмірами визначалися за результатами ситового аналізу за виразом:

$$g_i = \frac{m_i}{\Delta D_i \sum_{i=1}^n m_i}, \quad (2.29)$$

де n_i – кількість i -тих фракцій;

m_i – маса i -тої фракції, кг;

$\Delta D=(d_2 - d_1)$ – діапазон існування фракції, мм.

Число псевдозрідження визначається за виразом:

$$K_w = \frac{W_p}{W_{кр}}, \quad (2.30)$$

де W_p – робоча швидкість в апараті, визначається з досліду, м/с;

$$W_p = \frac{Q}{3600 \cdot F_a}, \quad (2.31)$$

де Q – витрати повітря, які надходять в апарат, приведені до нормальних умов, м³/год;

F_a – площа апарату в зоні газорозподільної решітки, м²;

$$F_a = A \times B, \quad (2.32)$$

де A і B – геометричні розміри апарату в зоні газорозподільної решітки,

$A = 0,3$ м, $B = 0,11$ м;

$W_{кр}$ – швидкість початку псевдозрідження (критична швидкість), м/с,

визначається за відомою методикою, запропонованою О. М. Тодесом [64].

$$W_{кр} = \frac{Re_{кр}}{\nu_r}, \quad (2.33)$$

де $Re_{кр}$ – число Рейнольдса для початку псевдозрідження частинок з еквівалентним діаметром D_e :

$$Re = \frac{Ar \varepsilon_0^{4.75}}{18 + 0.61(Ar \varepsilon_0^{4.75})^{0.5}}, \quad (2.34)$$

де ε_0 – порозність нерухомого шару, приймаємо $\varepsilon_0 = 0,4$;

Ar – число Архімеда:

$$Ar = \frac{gD_e^3(\rho_T - \rho_r)}{v^2 \rho_r}, \quad (2.35)$$

де ρ_m – густина твердих мінерально-гумінових композитів, кг/м³;

ρ_2 – густина теплоносія при температурі шару, кг/м³;

ν_2 – коефіцієнт кінематичної в'язкості теплоносія при температурі шару, м²/с.

Щільність зрошення поверхні частинок у псевдозрідженому шарі за вологою, a_f , кг вол./(м²·год), характеризує інтенсивність тепло- масообмінних процесів і розраховується за виразом:

$$a_f = \frac{M_B}{f_{ш}}, \quad (2.36)$$

де $f_{ш}$ – загальна поверхня твердих частинок в шарі, м²;

M_B – кількість вологи, яка надходить до апарату з рідкою фазою, кг/год.

Загальна поверхня частинок у псевдозрідженому шарі:

$$f_{ш} = \frac{6F\Delta P_{ш}}{D_e \cdot \rho_T g}, \quad (2.37)$$

де D_e – еквівалентний діаметр частинок, м;

$F=A \times B$ – площа апарату в перетині газорозподільного пристрою, м²;

ρ_T – густина твердих частинок, кг/м³;

$\Delta P_{ш}$ – гідравлічний опір псевдозрідженого шару (поточне значення), Па;

$g=9,81$ м/с² – прискорення вільного падіння.

У випадку, коли витрати рідкої фази (суспензії) вимірюються ваговим методом, масові витрати вологи розраховуються за виразом:

$$M_B = \frac{(G_1 - G_2)}{g \Delta \tau} \cdot (1 - X_p), \quad (2.38)$$

де G_1, G_2 – маса рідкої фази на початку і в кінці часового інтервалу, Н;

g – прискорення сили тяжіння, $g = 9,8$ м/с².

Константа вивантаження K , 1/год:

$$K = \frac{G_{\text{гр}}}{G_{\text{ш}}}, \quad (2.39)$$

де $G_{\text{ш}}$ – маса псевдозрідженого шару, кг.

Відповідно, середній час перебування розраховується за виразом:

$$\tau = \frac{1}{K} = \frac{G_{\text{ш}}}{G_{\text{гр}}}. \quad (2.40)$$

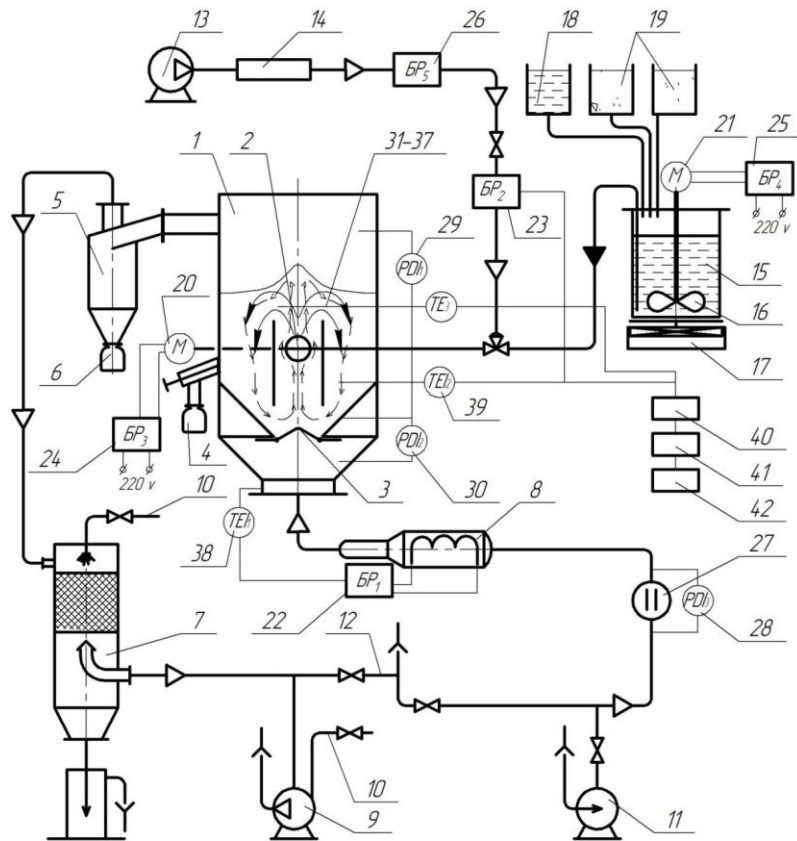
Первинна обробка експериментальних даних наводиться у вигляді графічних кінетичних залежностей базових характеристик процесу:

- динаміка зміни еквівалентного діаметра частинок в шарі – $D_e = f(\tau)$;
- динаміка зміни масових часток окремих фракцій – $X_i = f(\tau)$;
- динаміка зміни загальної поверхні частинок в псевдозрідженому шарі $F_{\text{ш}} = f(\tau)$;
- динаміка зміни коефіцієнта гранулоутворення – $\psi = f(\tau)$;
- динаміка зміни питомої щільності зрошення за вологою поверхні частинок в псевдозрідженому шарі за вологістю $a_f = f(\tau)$;
- експериментально визначалась залежність коефіцієнта гранулоутворення $\psi = f\left(\frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e}\right)$;
- експериментальна залежність коефіцієнта гранулоутворення $\psi = f\left(\frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e}, K_w\right)$.

2.5 Опис пілотної установки

З метою перевірки фізичної та математичних моделей процесу гранулоутворення мінерально-гумінових добрив та визначення кінетичних закономірностей створено пілотну установку, рисунок 2.5.

Пілотна установка, рисунок 2.5, призначена для дослідження процесів гранулоутворення багатошарових твердих композитів при зневодненні гетерогенних рідких систем.



1 – апарат з псевдозрідженим шаром; 2 – диспергатор; 3 – газорозподільний пристрій; 4 – ємність для вивантаження гранул; 5 – циклон; 6 – ємність для збору пилу; 7 – скруббер; 8 – електрокалорифер; 9 – вакуум-насос; 10 – лінія подачі води; 11 – газодувка; 12 – байпас; 13 – компресор; 14 – ресивер; 15 – ємність робочого розчину; 16 – мішалка; 17 – електронні ваги; 18 – ємність для розчину; 19 – ємність для сипких речовин; 20 – двигун диспергатора; 21 – двигун мішалки; 22 – блок регулювання температури теплоносія на вході перед ГРП (БР₁); 23 – блок регулювання температури шару і подачі розчину (БР₂); 24 – блок регулювання числа обертів двигуна ротора диспергатора (БР₃); 25 – блок регулювання числа обертів двигуна мішалки (БР₄); 26 – блок регулювання тиску повітря в ресивері (БР₅); 27 – діафрагма для виміру витрат повітря; 28, 29, 30 – дифманометри; 31–37 – термомпари виміру температури теплоносія в шарі; 38 – термомпара виміру температури теплоносія на вході; 39 – термомпара виміру температури в шарі; 40 – модуль збору даних; 41 – інтерфейс; 42 – ПК

Рисунок 2.5 – Схема пілотної установки

Конструктивно і технологічно виконана таким чином, що технологічна схема установки і конструкція основних вузлів гранулятора дозволяє проводити безперервний процес зневоднення і грануляції композитних розчинів в широкому діапазоні зміни основних технологічних параметрів.

Гранулятор 1 має прямокутну камеру з площею перерізу $F=0,0328 \text{ м}^2$ (0,111 x 0,296 м). З метою зменшення швидкості відвідних газів верхня частина камери гранулятора виконана з розширенням з двох боків, яка з'єднана з циклоном [109].

Вузол вивантаження гранульованого продукту апарату розташований в нижній частині апарату і дозволяє вести загальне і селективне вивантаження гранул заданого розміру. Камера гранулятора виготовлена з нержавіючої сталі 12Х18Н10Т. В нижній частині камери гранулятора встановлено газорозподільний пристрій, що містить ряд паралельно розташованих профільованих елементів, дистанційні упори і насадні профільовані елементи з можливістю зміни положення кута відносно насадних профільованих елементів, які забезпечують направлений вертикальний рух теплоносія, активний гідродинамічний режим і високу ступінь циркуляції часток шару.

Введення рідкої фази здійснюється диспергатором 2 конічного типу, встановленого всередині псевдозрідженого шару, який забезпечує стійкий режим диспергування роботі гетерогенних рідких систем [110].

Нагрів теплоносія, який подається до гранулятора, проводиться в електрокалорифері 8. Підтримання температури нагрітого теплоносія з точністю $\pm 2 \text{ }^\circ\text{C}$ здійснюється автоматичною системою керування за вимірами безінерційної хромель-копелевої термопари в комплекті з потенціометром А565 та блоком керування $БР_1$.

Підтримання заданого значення температури у псевдозрідженому шарі проводилось за показанням безінерційної хромель-копелевої термопари 39 в комплекті з потенціометром А565 з точністю $\pm 0,5 \text{ }^\circ\text{C}$ шляхом зміни витрат робочого розчину, який надходить до гранулятора. Враховуючи те, що безінерційна термопара, розташована у псевдозрідженому шарі, має безпосередній контакт з нагрітим теплоносієм, зволженими і сухими твердими

частинками, а інколи із краплинами рідкої фази, тому з частотою в 1 с проведено вимірювання температури із застосуванням комп'ютерної системи вимірювань 40–42.

В установці передбачена можливість ручного та автоматичного режиму керування витратами рідкої фази, яка надходить в апарат. Витрати теплоносія вимірювались камерною діафрагмою 27 з точністю $\pm 0,002$ м³/год.

Для сухої очистки відпрацьованого теплоносія використовується циклон типу “НИИОГАЗ” 5, діаметром 150 мм. Кінцева очистка газів, які відходять, проводиться в прямоточному насадковому скрубєрі 7.

При роботі установки за допомогою вакуум-наосу 9 повітря через вимірювальну діафрагму 27 надходить до електрокалорифера 8.

Після електрокалорифера теплоносії з заданою температурою подається у дифузор апарату 1, і через газорозподільний пристрій 3 – до камери гранулятора, де відбувається безпосередній контакт з частинками зернистого шару. Після нагріву шару до 90 °С до псевдозрідженого шару подається робочий розчин, який диспергується диспергатором 2. При цьому в апараті створюється ефективний гідродинамічний режим з направленою циркуляцією зернистого матеріалу.

У випадку, коли в грануляторі 1 масовий відсоток частинок розміром $d > 3$ мм досягає більше 50%, для забезпечення заданої швидкості теплоносія можливе підключення перед калорифером нагнітаючого пристрою – газодувки 11.

Відбір проб для ситового аналізу товарної фракції проводиться через вивантажувальний пристрій гранулятора 4.

При проведенні експериментальних досліджень проводилось безперервне вимірювання:

- температури теплоносія на вході до апарату T_1 , °С;
- температури псевдозрідженого шару T_2 , °С;
- витрати теплоносія за допомогою камерної діафрагми (PD₃), м³/год;
- витрати розчину, який вводиться у псевдозріджений шар, кг/год, за допомогою електронних ваг;

- перепади тиску на ГРП, у псевдозрідженому шарі, тиск у апараті – за допомогою U-подібних водяних дифманометрів (29, 30).

Для забезпечення роботи пневматичного регулюючого клапану подачі рідкої фази створена система пневматичного живлення, в якій автоматично підтримується заданий робочий тиск.

З метою запобігання осадженню CaCO_3 та інших домішок в робочому розчині ємності 15 встановлено перемішуючий пристрій 16.

2.6 Висновки до розділу 2

1. Обґрунтована фізична модель безперервного процесу утворення мінерально-гумінових добрив із заданими властивостями в багатофазних дисперсних системах. Розроблена структурна схема реалізації процесу.
2. Створена математична модель процесу зневоднення та грануляції у псевдозрідженому шарі з одержанням мінерально-гумінових композитів із заданим дисперсним складом.
3. Запропоновано метод визначення потужності нових центрів грануляції, який дозволяє стабілізувати дисперсний склад гранул у псевдозрідженому шарі при безсепараційному вивантаженні гранульованого продукту.
4. Запропоновано методику визначення області ефективного процесу.
5. Наведено числовий розв'язок математичної моделі.
6. Обґрунтовано методику комплексних експериментальних досліджень кінетичних характеристик безперервних безрециклових процесів зневоднення і грануляції композитних рідких систем з одержанням гранульованого продукту із заданими фізичними і фізико-хімічними властивостями.
7. Обґрунтовано структуру та апаратурно-технологічне обладнання пілотної установки.

РОЗДІЛ 3

ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ

Відповідно до рекомендацій аграрних фахівців, визначався базовий склад мінерально-гумінових добрив, які рекомендовані для застосування в зоні Лісостепу України:

- азотно-гумінові;
- азотно-кальцієво-гумінові;
- азотно-кальцієво-калійно-гумінові.

За результатами польових досліджень [111] вміст гумінових речовин в гранулі не повинний перевищувати 1,0% мас. відносно сухих речовин.

3.1 Процес утворення азотно-гумінових мінеральних добрив з пошаровою структурою

Метою експериментальних досліджень було встановлення механізму та кінетичних закономірностей процесу утворення азотно-гумінових твердих композитів з пошаровою структурою при зневодненні розчинів сульфату амонію з домішками гумінових речовин у псевдозрідженому шарі.

3.1.1 Дослідження кінетичних характеристик процесу утворення азотно-гумінових добрив

Азотно-гумінові добрива відносяться до простих мінерально-гумінових.

Досліди проводилися на експериментальній установці згідно методики п. 2.4. В якості робочої рідкої фази використовувався водяний 40% розчин сульфату амонію, з домішками гумату калію в кількості, яка забезпечила одержання твердих композитів із співвідношенням азоту та гумінових речовин $N : Г = 20,0 : 1,0$.

Результати експериментальних досліджень наведені на рисунках 3.1 – 3.13.

Динаміка зміни еквівалентного діаметра частинок в псевдозрідженому шарі наведена на рисунку 3.1.

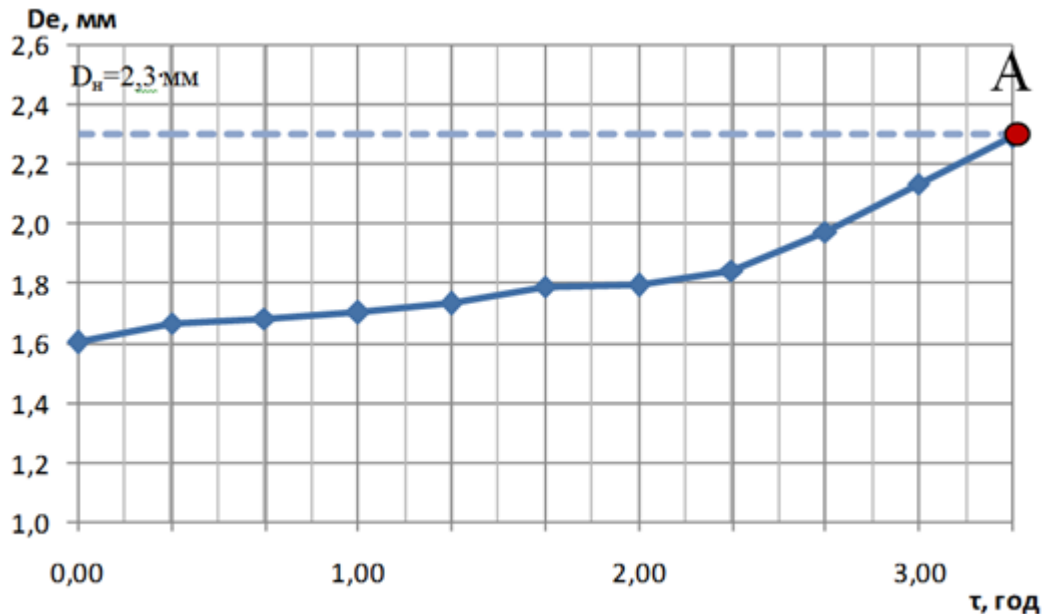
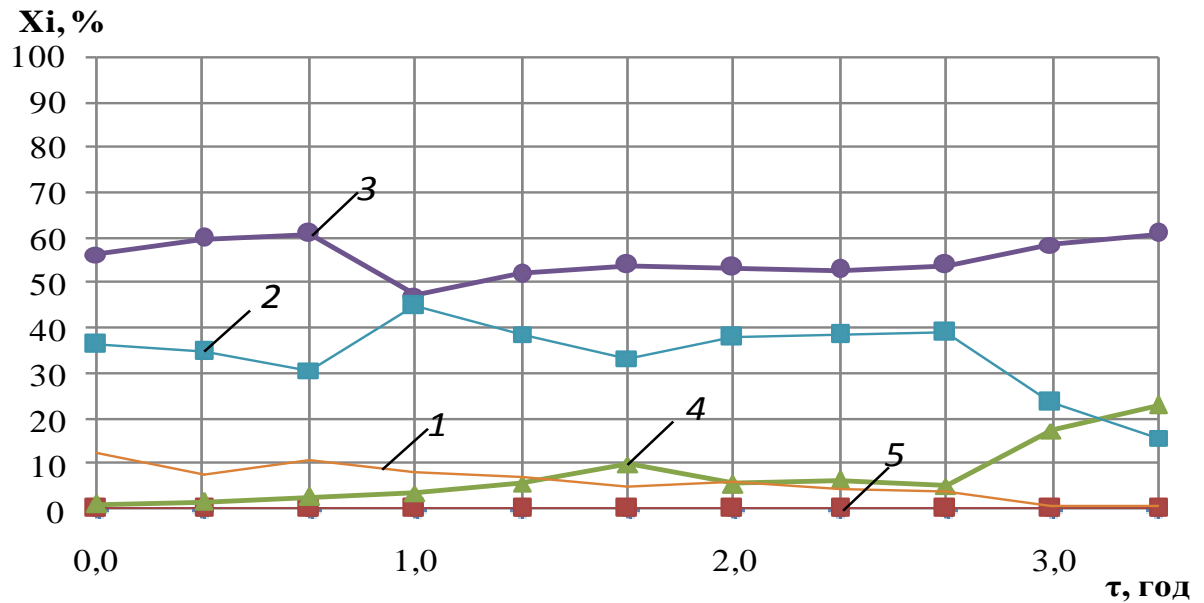


Рисунок 3.1 – Динаміка зміни еквівалентного діаметра гранул

Так, еквівалентний діаметр D_e зростає від 1,5 до 2,3 мм в інтервалі часу $\Delta\tau = 3,33$ год з градієнтом $\frac{dD_e}{d\tau} = 0,241$ мм/год.

Динаміка зміни масових відсотків окремих фракцій, рисунок 3.2, показує за період $0 \leq \tau \leq 0,66$ год масовий відсоток фракції +2,0 мм зростає при одночасному зменшенні масового відсотку фракції +1,0 мм, а за період $0,66 \leq \tau \leq 1,0$ год масовий відсоток фракції +2,0 мм спадає при одночасному зростанні масового відсотку фракції +1,0 мм. За період $0 \leq \tau \leq 1,66$ год масовий відсоток фракції +3,0 мм зростає. В період з $2,0 \leq \tau \leq 2,66$ год спостерігається стабілізація масових відсотків, в подальшому масовий відсоток фракції +2,0 мм спадає при одночасному зростанні масового відсотку фракції +1,0 мм та зростанні масового відсотку фракції +3,0 мм.

Точка А на рисунку 3.1 характеризує дисперсний склад частинок у апараті, що відповідає вимогам $1,0 \leq D \leq 4,5$ мм – 90% мас.



1 – фракція +0,5 мм; 2 – фракція +1,0 мм; 3 – фракція +2,0 мм; 4 – фракція +3,0 мм; 5 – фракція +4 мм;

Рисунок 3.2 – Динаміка зміни масових відсотків окремих фракцій

Такий характер зміни масових відсотків сусідніх фракцій свідчить про поширену модель збільшення розмірів гранул.

В процесі експерименту маса шару в апараті підтримувалась практично постійною, що підтверджується відносною сталістю гідравлічного опору шару, рисунок 3.3.

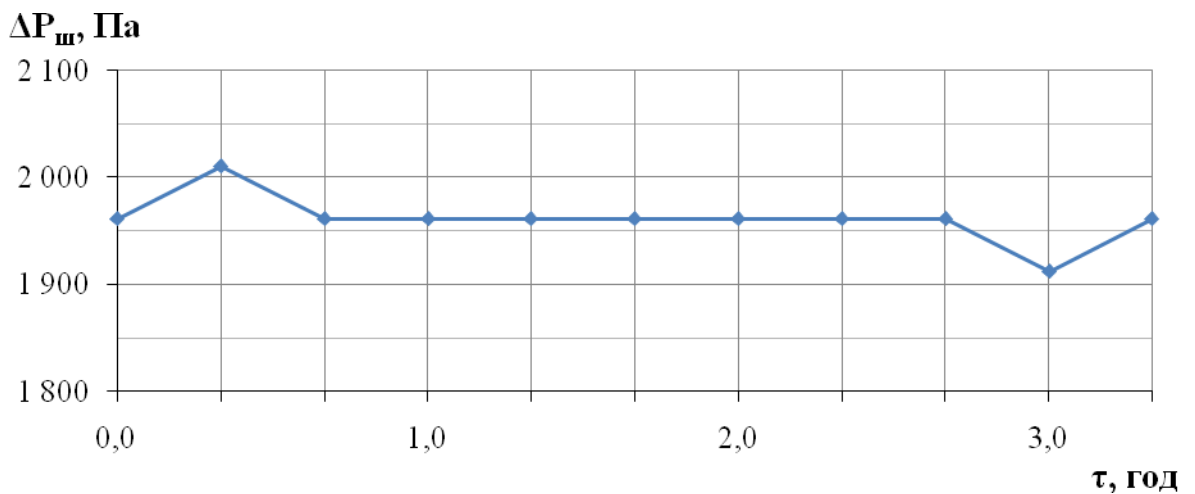


Рисунок 3.3 – Динаміка зміни гідравлічного опору псевдозрідженого шару

За таких умов проведення процесу спостерігалось суттєве зменшення загальної поверхні псевдозрідженого шару з 20,75 до 14,51 м², рисунок 3.4, внаслідок стійкого збільшення еквівалентного діаметру.

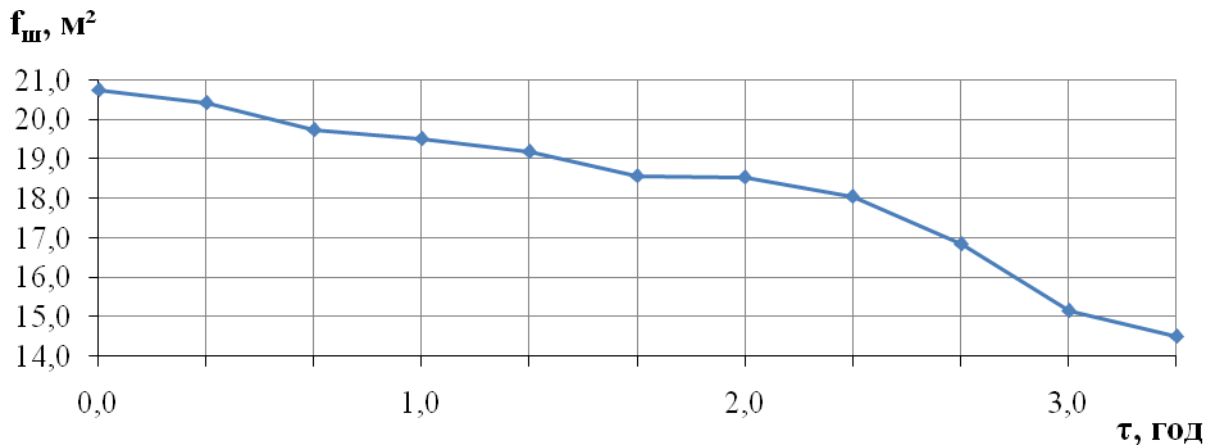


Рисунок 3.4 – Динаміка зміни загальної поверхні псевдозрідженого шару

Зміна температури псевдозрідженого шару, виміряна в характеристичній точці, що підтримувалася в межах 91–93 °С, наведена на рисунку 3.5.

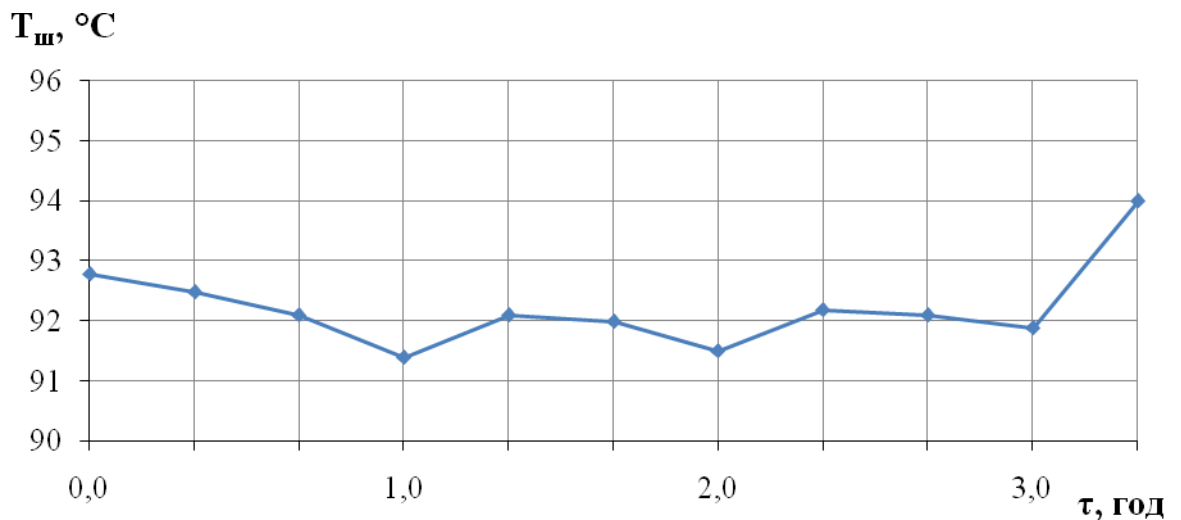


Рисунок 3.5 – Динаміка зміни температури псевдозрідженого шару в характеристичній точці

Доцільність вибраного температурного режиму в шарі $T_{ш} = 95 \pm 3$ °С та температури 200 °С на вході до апарату підтверджується динамікою зміни коефіцієнта гранулоутворення $\psi = f(\tau)$ в межах 92–97%, рисунок 3.6.

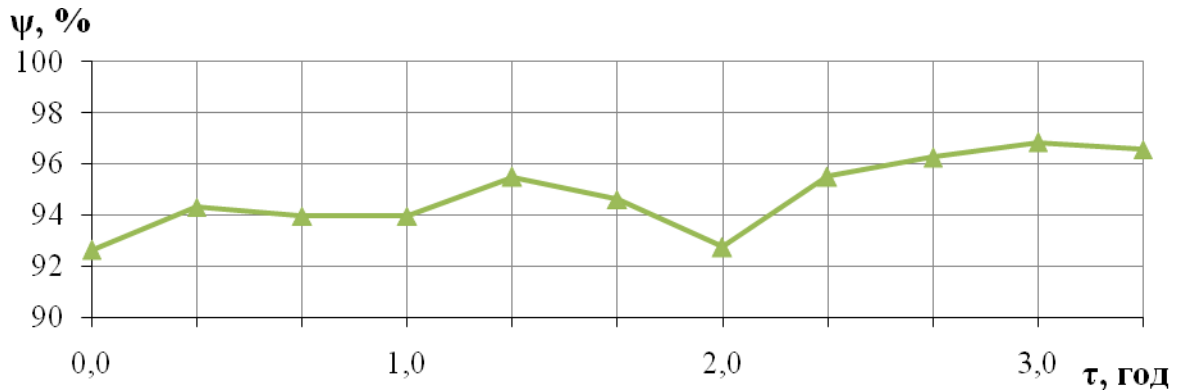


Рисунок 3.6 – Динаміка зміни коефіцієнта гранулоутворення

Ефективність масообмінних процесів при наявності фазового переходу відображає зміни питомого навантаження поверхні шару за вологою a_f , рисунок 3.7. Так, при $\tau=2,0$ год спостерігається різке зростання цього параметра від 0,12 до 0,33 кг/(м²·год) при одночасному підвищенні температури шару від 91 до 94 °С, рисунок 3.5. Це підтверджує суттєву роль конвективної складової теплоти, яка підводиться до плівки рідини, сформованої на поверхні гранул. Це дозволило при зростанні питомого навантаження поверхні шару за вологою a_f , рисунок 3.7, в інтервалі часу $2,0 \leq \tau \leq 3,33$ год зберегти зростання коефіцієнта гранулоутворення з 92 до 97%, рисунок 3.6.

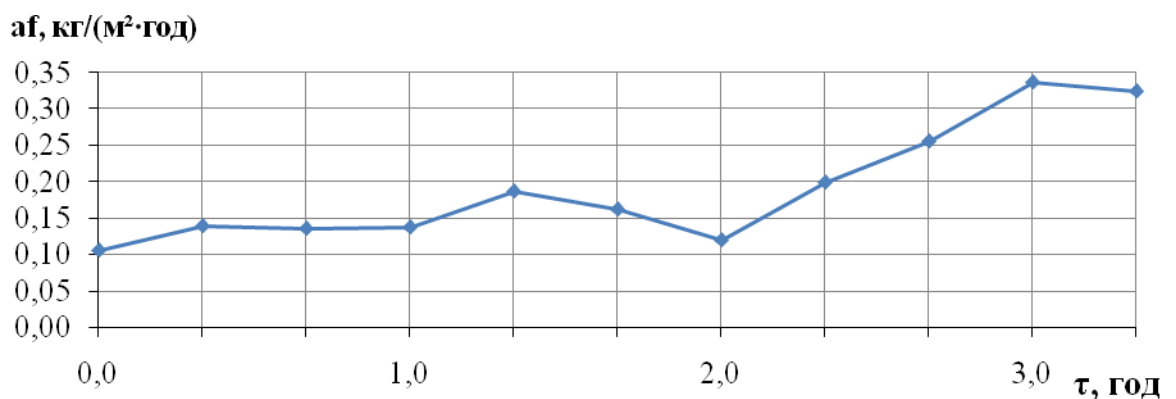


Рисунок 3.7 – Динаміка залежності $a_f = f(\tau)$

Експериментальна залежність коефіцієнта гранулоутворення ψ від приведеної висоти шару $\frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e}$, рисунок 3.8, показує, що максимальних значень коефіцієнт гранулоутворення $\psi > 95\%$ досягає при $91 < \frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e} < 108$.

Тобто, при $\Delta P_{\text{ш}} = \text{const}$ зменшення значень параметра $\frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e}$ відбувається при збільшенні D_e , що пов'язано зі збільшенням швидкості теплоносія і, відповідно, збільшенням рушійної сили масообміну.

Узагальнена залежність коефіцієнта гранулоутворення від комплексу $\frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e}$ та числа псевдозрідження K_w $\psi = f\left(\frac{\Delta P}{gD_e}, K_w\right)$, рисунок 3.9, дозволяє прогнозувати область для найбільш ефективного проведення процесу утворення гуміново-мінеральних твердих структур з рідких композитних систем. Так, при значенні $92 \leq \frac{\Delta P}{gD_e} \leq 108$ і числі псевдозрідження в межах $1.2 \leq K_w \leq 1.5$ забезпечується значення коефіцієнту гранулоутворення $\psi > 95\%$.

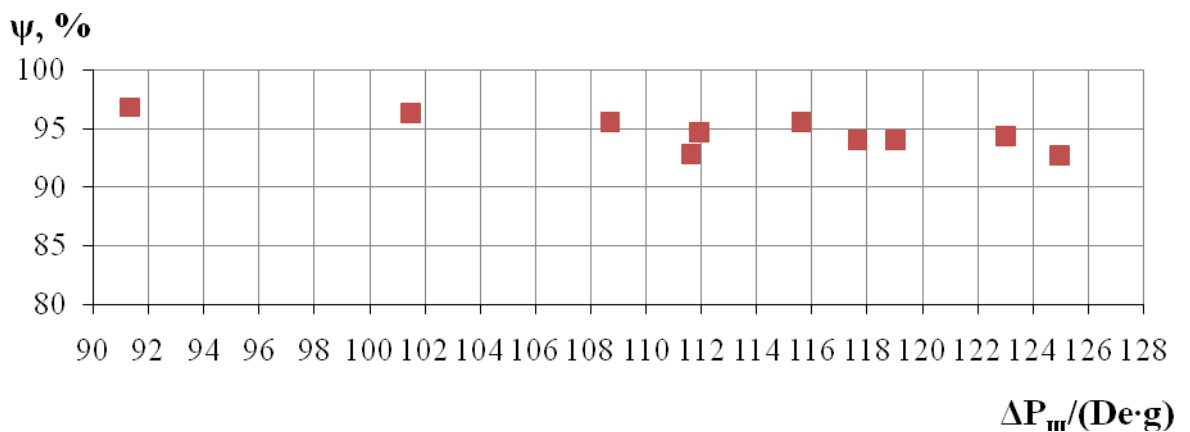


Рисунок 3.8 – Експериментальна залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P}{gD_e}\right)$

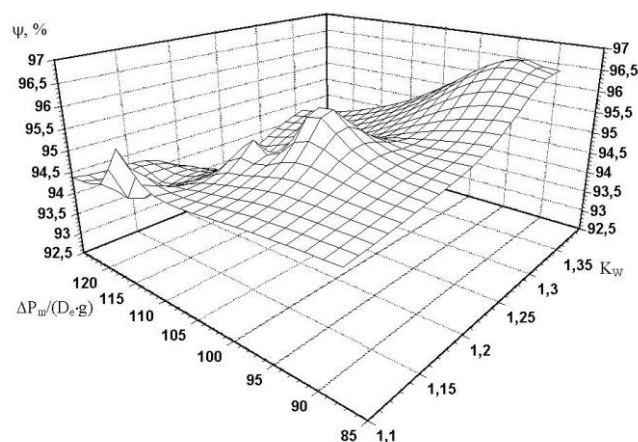


Рисунок 3.9 – Узагальнена залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P}{gD_e}, K_w\right)$ при утворенні азотно-гумінових твердих структур

Динаміка масового розподілу гранул за діаметрами за час експерименту наведена на рисунку 3.10.

За методикою п. 2.3 було проведено апроксимацію експериментального визначення масових розподілів за діаметрами в апараті з інтервалом 0,33 год. Параметри гамма-функції, які описують масове розподілення при різних значеннях τ , наведено в таблиці 3.1. При цьому середнє квадратичне відхилення еквівалентного діаметра, розраховане з таблиці 3.1, становило 0,59. Це підтверджує доцільність застосування запропонованої методики.

Таблиця 3.1. – Параметри гамма-функції для гуміново-азотних твердих КОМПОЗИТІВ

τ	0,00	0,33	0,66	1,00	1,33	1,66	2,00	2,33	2,66	3	3,33
n	10	10,00	8,00	9,00	8,00	8,00	8,00	9,00	10,00	10,00	9,00
z	6,40	6,05	5,03	5,70	5,00	4,50	4,70	5,10	5,60	4,65	3,90
D_e^p	1,56	1,65	1,59	1,58	1,60	1,78	1,70	1,76	1,79	2,15	2,31

Виходячи з цього, динаміка масового розподілення гранул в апараті може бути представлена у вигляді динаміки апроксимованих розподілів, рисунок 3.10.

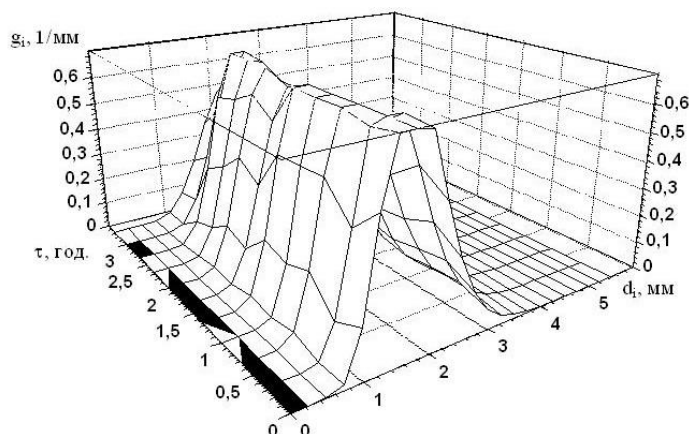
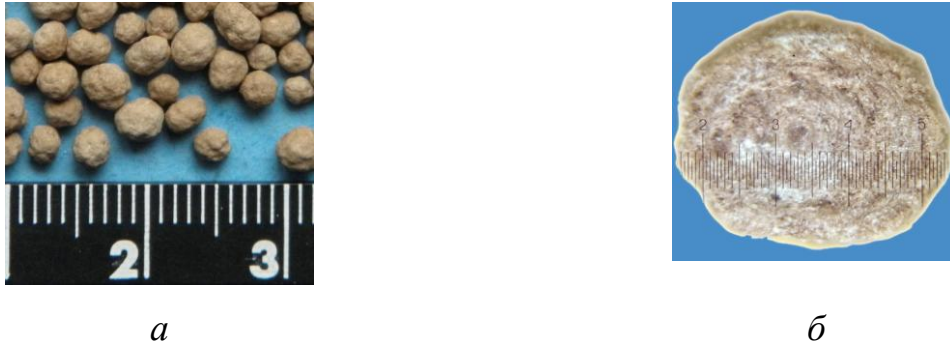


Рисунок 3.10 – Апроксимація масових розподілів гранул у псевдозрідженому шарі в інтервалі часу $0 \leq \tau \leq 3.33$ год ($1.6 \leq D_e \leq 2.3$ мм)

Експериментальні дослідження підтвердили положення фізичної моделі гранулоутворення багатошарових азотно-гумінових твердих композитів з рідких гетерогенних систем і визначили умови реалізації процесу.

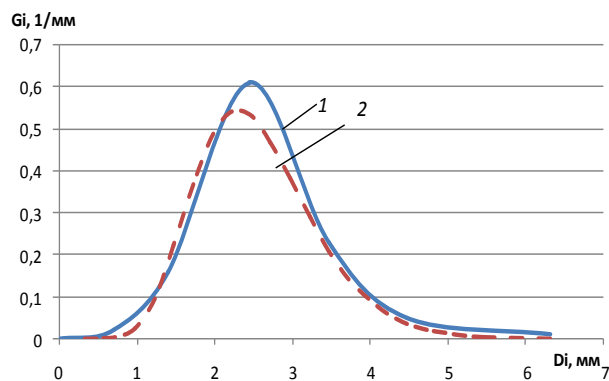
Загальний вигляд азотно-гумінових добрив та зріз гранули наведено на рисунку 3.11.



a – товарна фракція гранул *б* – зріз гранул (збільшення в 20 разів)

Рисунок 3.11 – Загальний вигляд отриманих азотно-гумінових добрив

Порівняння заданого масового розподілення гранульованого продукту для $D_e=2.3$ мм, крива 2, та експериментального масового розподілення, крива 1, рисунок 3.12, мають високу збіжність, СКВ $\sigma = 0,92$.

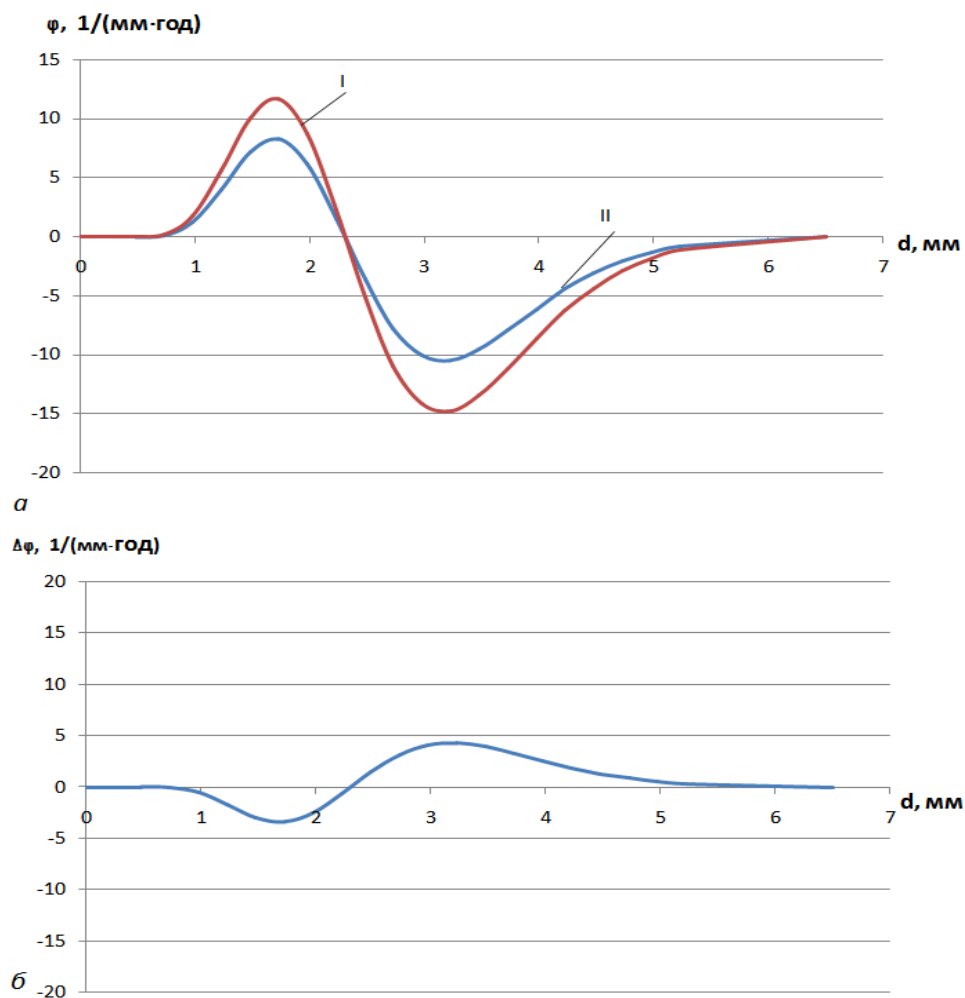


1 – експериментальне розподілення, 2 – розрахункове розподілення

Рисунок 3.12 – Порівняння масового розподілення гранул за розмірами в апараті азотно-гумінових композитів при $D_e=2,3$ мм

Для визначення умов стабілізації дисперсного складу розраховуємо потужність компенсаційної функції згідно рівняння (2.15).

На першому етапі проведено порівняння розрахункової та реальної функції потужності нових центрів грануляції, рисунок 3.13 а та визначено вигляд компенсаційної функції, зовнішнього рециклу, рисунок 3.13 б. Так, при $1,6 \leq d \leq 2,2$ мм потужність внутрішнього джерела є недостатньою і стабілізація дисперсного складу можлива за рахунок зовнішнього рециклу, рис. 3.14б). В інтервалі значень діаметра $2,2 < d \leq 4,8$ мм компенсаційна функція набуває додатніх значень, що свідчить про недостатню інтенсивність їх вивантаження з апарату гранул цього розміру.



a – функції джерела і стоку експериментальна *I* та розрахункова *II*;
б – компенсаційна функція $\Delta\varphi = f(d)$ (зовнішній рецикл).

Рисунок 3.13 – Розрахунок потужності компенсаційної функції (зовнішнього рециклу) для стабілізації дисперсного складу азотно-гумінових добрив

Комплексна оцінка ефективності процесу проводиться за коефіцієнтом гранулоутворення ψ та функцією втрат якості L , графічна інтерпретація якої наведена на рисунку 3.15.

Область значень функції втрат якості $L < 1$, що досягається в інтервалі в інтервалі $1 \leq \tau \leq 2,33$ год, відповідає вимогам до дисперсного складу гранульованого продукту.

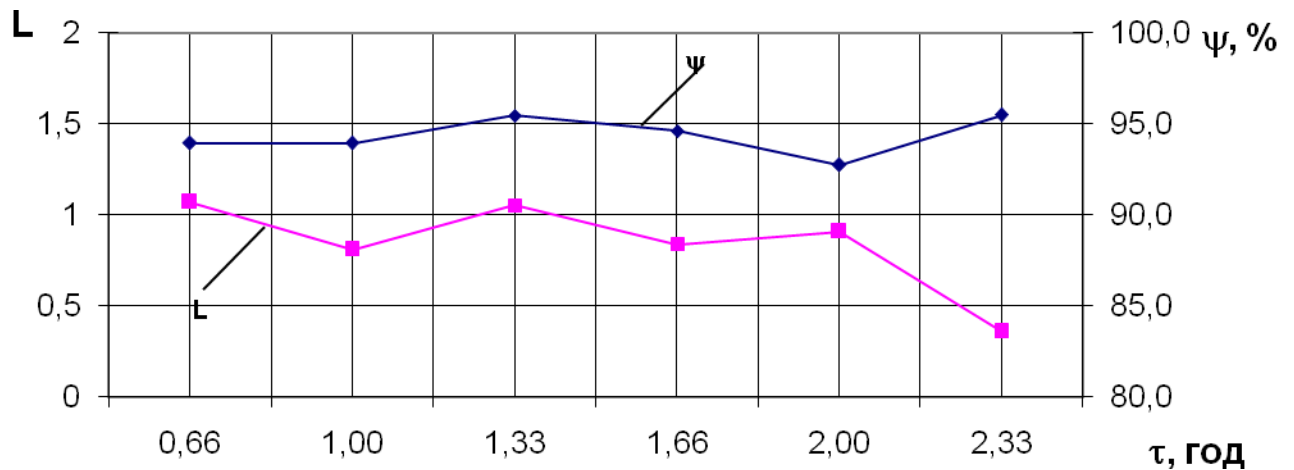


Рисунок 3.15 – Динаміка функції втрат якості та коефіцієнта гранулоутворення

Умови проведення процесу, які забезпечують коефіцієнт гранулоутворення $\psi \geq 94\%$, при якому функція L набуває мінімальних значень, і є областю ефективного процесу, а характер цих параметрів свідчить про стохастичну природу процесу та багатофакторність взаємозв'язку технологічних параметрів і фізичних явищ, що мають місце при гранулоутворенні.

3.1.2 Визначення впливу технологічних параметрів на ефективність процесу утворення азотно-гумінових добрив

Метою експериментів було визначення впливу основних технологічних параметрів на ефективність процесу гранулоутворення. Досліди проводились

на пілотній установці п. 2.5. В якості цільової функції вибрано коефіцієнт гранулоутворення, визначений п. 2.3.

Для проведення експериментів вибрано план повного факторного експерименту типу 2^3 .

В якості змінних параметрів вибрано:

– гідравлічний опір псевдозрідженого шару, ΔP , Па – x_1 ;

– температуру у псевдозрідженому шарі $T_{ш}$, °C, – x_2 ;

– лінійну швидкість диспергатора – $W_{л}$, м/с – x_3 ;

Для опису процесу вибрано модель неповного 2-го порядку:

$$y = a_0x_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_4x_1x_2 + a_5x_1x_3 + a_6x_2x_3 + a_7x_1x_2x_3. \quad (3.4)$$

Значення параметрів та інтервали варіювання змінних приведені в таблиці 3.2.

Таблиця 3.2 – Межі варіювання факторів

Незалежні змінні	Рівні варіювання			Інтервал варіювання
	-1	0	+1	
ΔP , Па	1900	2150	2400	250
$T_{ш}$, °C	90	95	100	5
$W_{л}$, м/с	3,141	4,398	5,655	1,257

Значущість коефіцієнтів рівняння регресії перевірялось за критерієм Стьюдента. Діагональні елементи коваріаційної матриці рівні між собою, тому всі коефіцієнти рівняння визначаються з однаковою точністю:

$$S_{b_i} = \frac{1}{\sqrt{N}} S_{\text{восп.}}. \quad (3.5)$$

Для всіх коефіцієнтів рівняння регресії складають співвідношення, яке порівнюють з табличним $t_{1-q} f$ для рівня значущості $q = 0,05$ і числа ступенів свободи $f = N - m - 1$:

$$t_i = \frac{|b_i|}{S_{b_i}}, \quad (3.6)$$

В результаті обробки експериментальних даних отримано рівняння:

$$y = 77,61x_0 - 1,36x_1 - 5,03x_2 - 3,33x_3 - 0,89x_1x_2 - 0,53x_1x_3 + 0,1x_2x_3 + 4,57x_1x_2x_3. \quad (3.7)$$

$$\text{де } x_1 = \frac{\Delta P - 2150}{250}; x_2 = \frac{T_{\text{ш}} - 95}{5}; x_3 = \frac{W_{\Gamma} - 4,398}{1,257}. \quad (3.8)$$

Отже, після перевірки адекватності при рівні значимості 0,05 отримано рівняння:

$$\psi = 77,61x_0 - 1,36x_1 - 5,03x_2 - 3,33x_3 - 0,89x_1x_2 + 4,57x_1x_2x_3. \quad (3.9)$$

Для більш детального вивчення впливу кожної зі змінних x_i на вихідний параметр y_i побудуємо залежності $y_i = f x_i$ при фіксованих значеннях інших x_{i+1} змінних в центрі експерименту, рисунок 3.13. Графіки являють собою лінійні залежності.

$$\begin{cases} y = 77,61, & x_1 = x_2 = x_3 = 0, \\ y_1 = 77,61 - 1,36x_1, & x_2 = x_3 = 0, \\ y_2 = 77,61 - 5,03x_2, & x_1 = x_3 = 0, \\ y_3 = 77,61 - 3,33x_3, & x_1 = x_2 = 0. \end{cases} \quad (3.10)$$

Щоб отримати координати екстремуму коефіцієнта гранулоутворення, прирівняли до нуля похідні по факторам і розв'язали отриману систему лінійних рівнянь:

$$\begin{cases} -1,36 - 0,89x_2 + 4,57x_2x_3 = 0 \\ -5,03 - 0,89x_1 + 4,57x_2x_3 = 0. \\ -3,33 + 4,57x_2x_3 = 0 \end{cases} \quad (3.11)$$

Розв'язком системи є: $x_1=0,90$, $x_2=0,44$, $x_3=0,86$, що відповідає параметрам в натуральному вигляді:

$$\Delta P = 2370 \text{ Па}, T_{\text{ш}} = 97,2^\circ \text{C}, W_{\Gamma} = 5,48 \text{ м/с}.$$

Область максимальних значень коефіцієнта гранулоутворення наведена на рисунку 3.16.

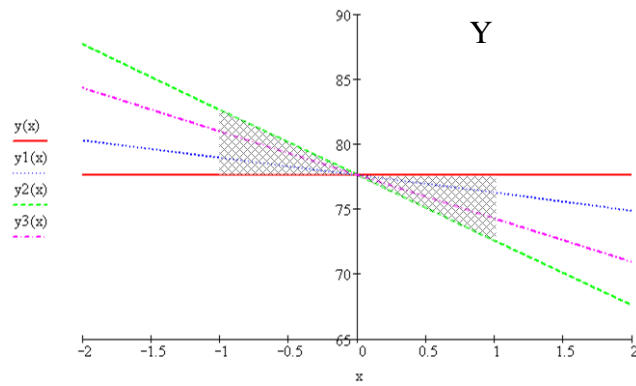


Рисунок 3.16 – Графіки функції $\psi_i = f x_i$ для вибору максимальних значень процесу зневоднення і гранулоутворення

Проведені експерименти підтвердили адекватність фізичної та математичної моделей та визначили область ефективного проведення процесу з коефіцієнтом гранулоутворення $\psi \geq 92\%$.

3.2 Процес утворення азотно-кальцієво-гумінових добрив

Метою експериментальних досліджень є встановлення механізму та кінетичних характеристик процесу зневоднення композитних розчинів сульфату амонію з домішками гумінових речовин та карбонату кальцію при одержанні азотно-кальцієво-гумінових твердих композитів з пошаровою структурою.

3.2.1 Дослідження кінетичних характеристик процесу утворення азотно-кальцієво-гумінових добрив

Особливість підготовки рідкої фази полягає у додаванні до насиченого водяного розчину сульфату амонію задану кількість CaCO_3 та гумінових речовин так, щоб вміст в гранульованому продукті в перерахунку на азот, кальцій та гумат становив $\text{N:Ca:\Gamma} = 15,0:12,0:1,0$. Досліди проводилися на пілотній установці п. 2.5.

Результати експериментальних досліджень наведені на рисунках 3.17 – 3.28.

Динаміка залежності $D_e = f(\tau)$, рисунок 3.17, показує, що еквівалентний діаметр D_e зростає від 1,8 до 2,9 мм протягом часу досліду, що свідчить про реалізацію процесу гранулоутворення азотно-кальцієво-гумінових твердих композитів.

Динаміка зміни масових відсотків окремих фракцій, рис. 3.18, показує за період $0 \leq \tau \leq 1,00$ год масовий відсоток фракції +2,0 мм зменшується при одночасному зростанні масового відсотку фракції +1,0 мм, а за період $1,00 \leq \tau \leq 1,66$ год масовий відсоток фракції +2,0 мм зростає при одночасному зменшенні масового відсотку фракції +1,0 мм.

За період $1,66 \leq \tau \leq 3,33$ год масовий відсоток фракції +1,0 мм зменшується, також зменшується масовий відсоток 2,0 при одночасному різкому зростанні масового відсотку фракції +3,0 мм, що і зумовлює зростання еквівалентного діаметра більше 2,3 мм.

Такий характер динаміки масових фракцій свідчить, що гранулоутворення здійснюється за рахунок пошарового механізму та агломерації.

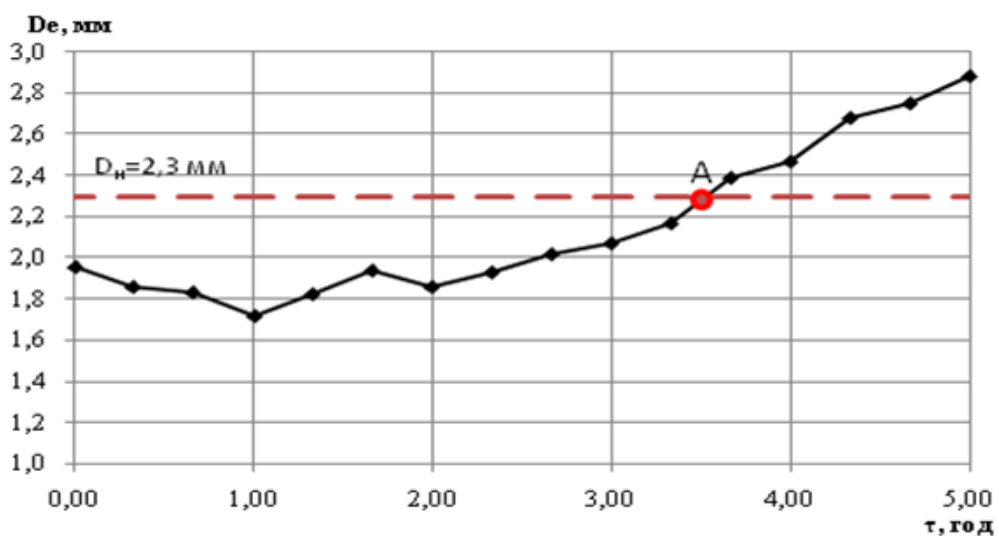
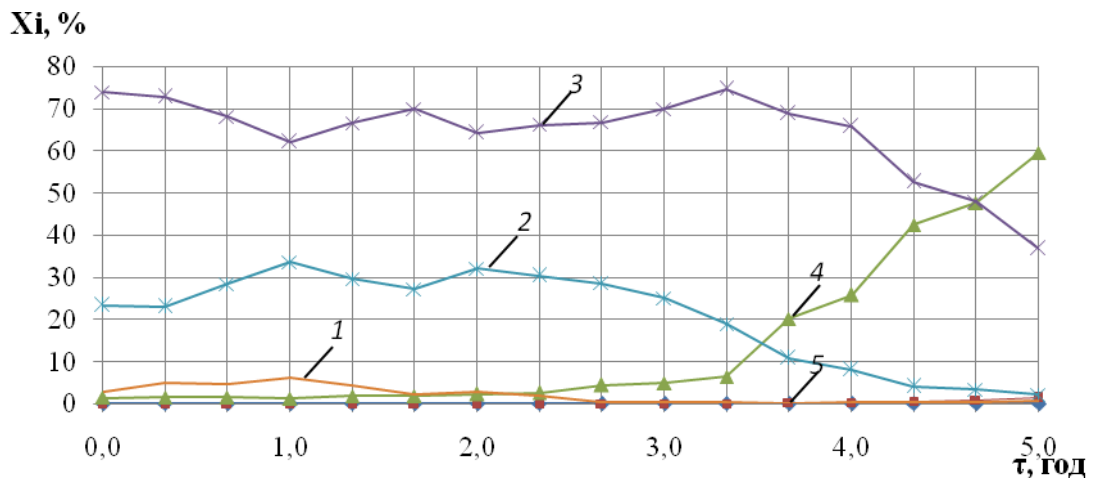


Рисунок 3.17 – Динаміка зміни еквівалентного діаметра гранул в псевдозрідженому шарі



1 – фракція +0,5 мм; 2 – фракція +1,0 мм; 3 – фракція +2,0 мм; 4 – фракція +3,0 мм; 5 – фракція +4 мм;

Рисунок 3.18 – Динаміка зміни масових відсотків окремих фракцій у псевдозірдженому шарі

Маса шару підтримувалась постійною, що виразилось у значеннях гідравлічного опору шару на рівні 1950 Па, рис. 3.19, починаючи з виходу на сталий режим гранулоутворення до передостанніх двох замірів.

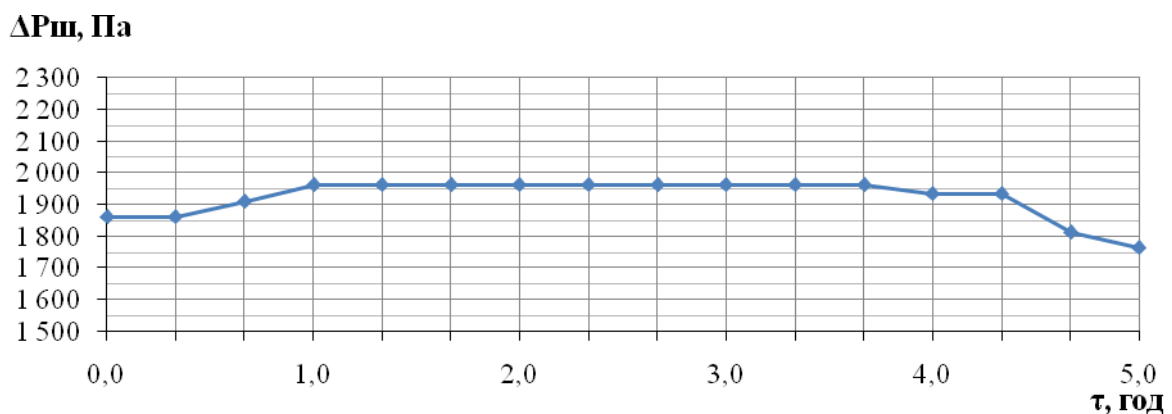


Рисунок 3.19 – Динаміка зміни гідравлічного опору псевдозірдженого шару

Починаючи з часу $\tau = 2,33$ год спостерігається стрімке зменшення поверхні псевдозірдженого шару, рис. 3.20, що супроводжує швидке зростання еквівалентного діаметра, рисунок 3.17.

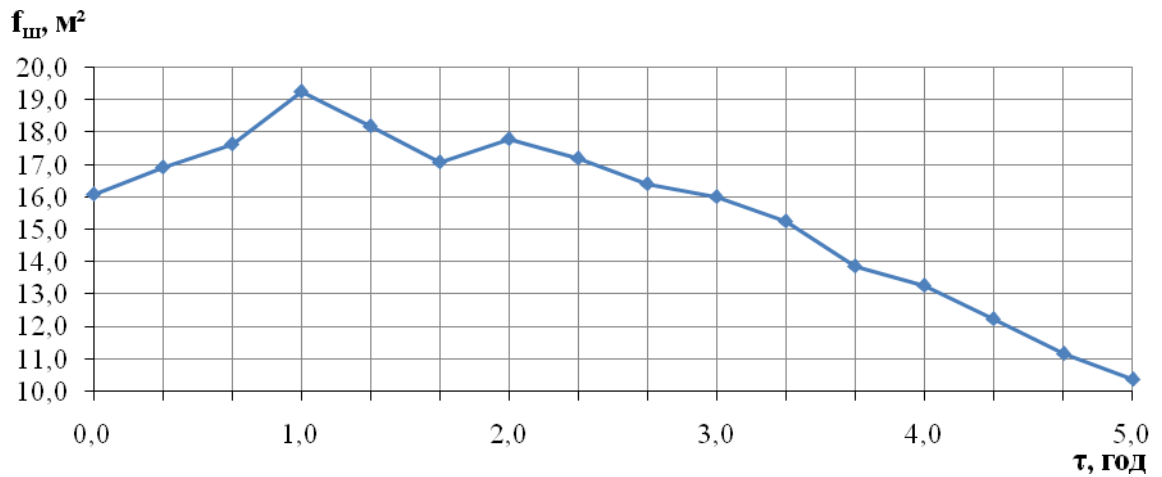


Рисунок 3.20 – Динаміка зміни загальної поверхні псевдозрідженого шару

Температура псевдозрідженого шару підтримувалась на рівні $T_{ш}=90\text{--}95\text{ }^{\circ}\text{C}$, при $T_{вх} = 200\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$, рисунок 3.21, і визначалась умовами сталої кінетики гранулоутворення.

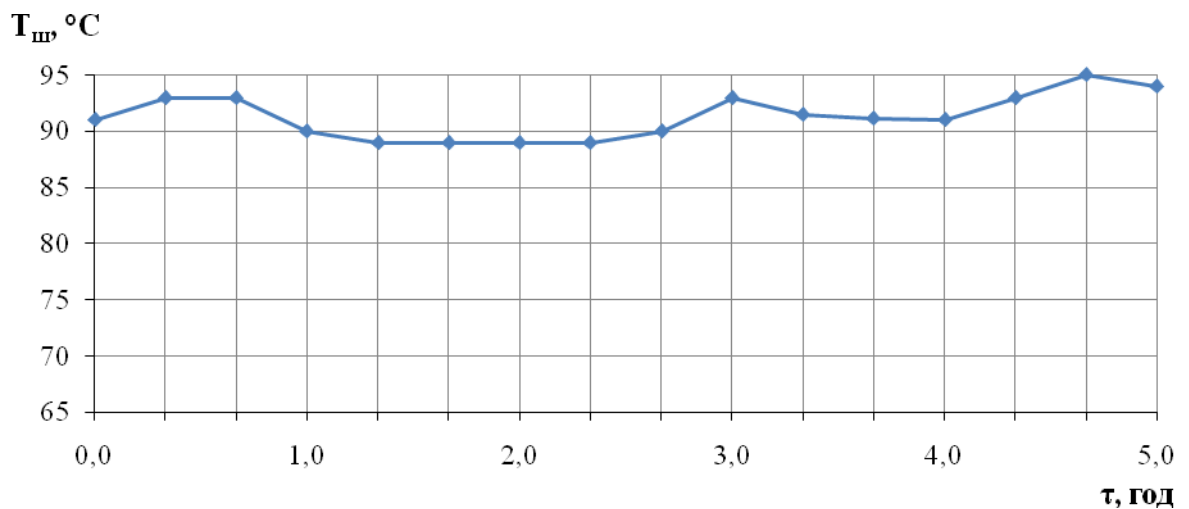


Рисунок 3.21 – Динаміка зміни температури псевдозрідженого шару в характеристичній точці

Такий характер зміни температури в шарі забезпечив зростання коефіцієнта гранулоутворення від 70% на початку процесу до 97% після $\tau \geq 3,33$ год.

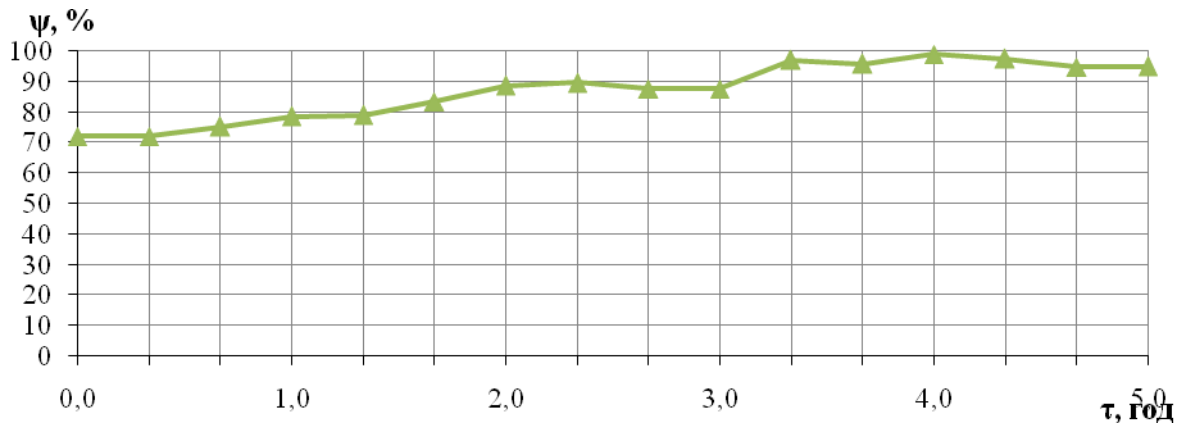


Рисунок 3.22 – Динаміка зміни коефіцієнта гранулоутворення

Позитивним є те, що значення $\psi \geq 95\%$ одержані з одночасним збільшенням питомого навантаження поверхні шару за вологою a_f , рисунок 3.23, яка показує монотонне збільшення, починаючи від $a_f = 0,1 \text{ кг. вологи}/(\text{м}^2 \cdot \text{год})$, і досягає максимуму $a_f = 0,35 \text{ кг. вологи}/(\text{м}^2 \cdot \text{год})$

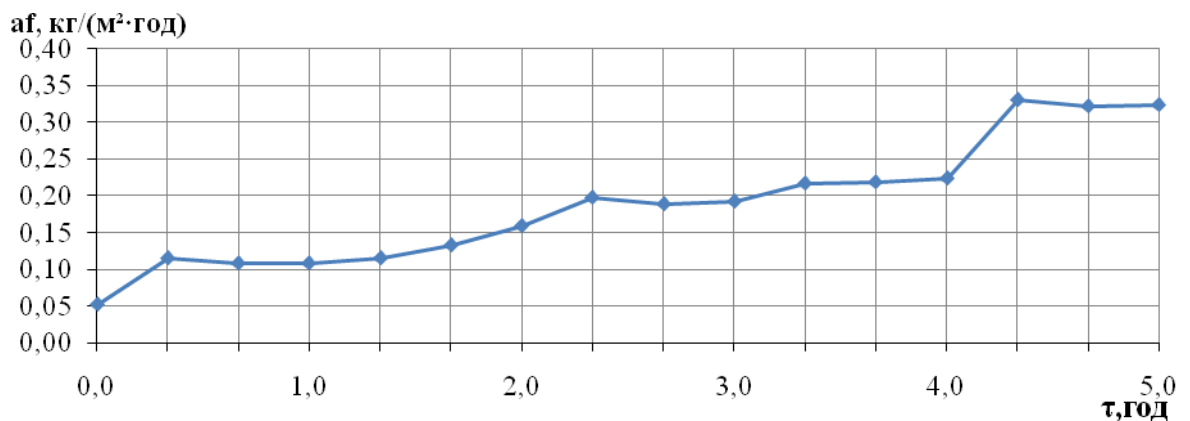


Рисунок 3.23 – Динаміка залежності $a_f = f(\tau)$

Первинне узагальнення проведено у вигляді експериментальної залежності коефіцієнта гранулоутворення ψ від приведеної висоти шару $\frac{\Delta P_{ш}}{gD_e}$, рисунок 3.24. Висока щільність значень $\psi = 72-89\%$ спостерігається в діапазоні значень $95 \leq \frac{\Delta P_{ш}}{gD_e} \leq 115$, максимальні значення $92 \leq \psi \leq 98\%$, досягаються при

$$75 \leq \frac{\Delta P_{ш}}{gD_e} \leq 95.$$

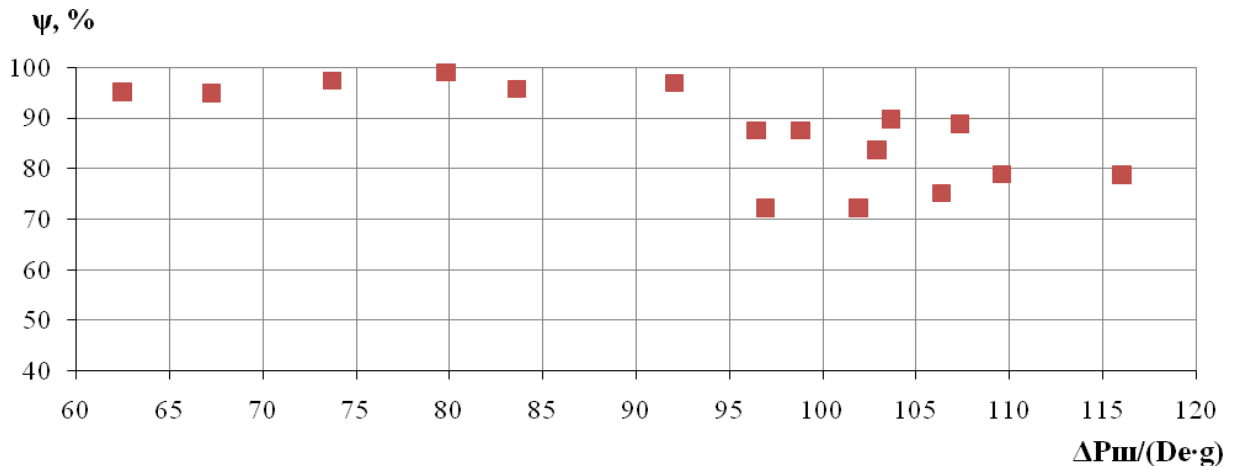


Рисунок 3.24 – Експериментальна залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P}{gD_e}\right)$

Узагальнена залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P}{gD_e}, K_w\right)$, рисунок 3.25, дозволяє прогнозувати область для найбільш ефективного проведення процесу утворення композитних добрив з рідких композитних систем. Так, при значенні $75 \leq \frac{\Delta P}{gD_e} \leq 95$ і числі псевдозрідження $1.3 \leq K_w \leq 1.5$ спостерігається досягнення значень коефіцієнту гранулоутворення $\psi > 95\%$.

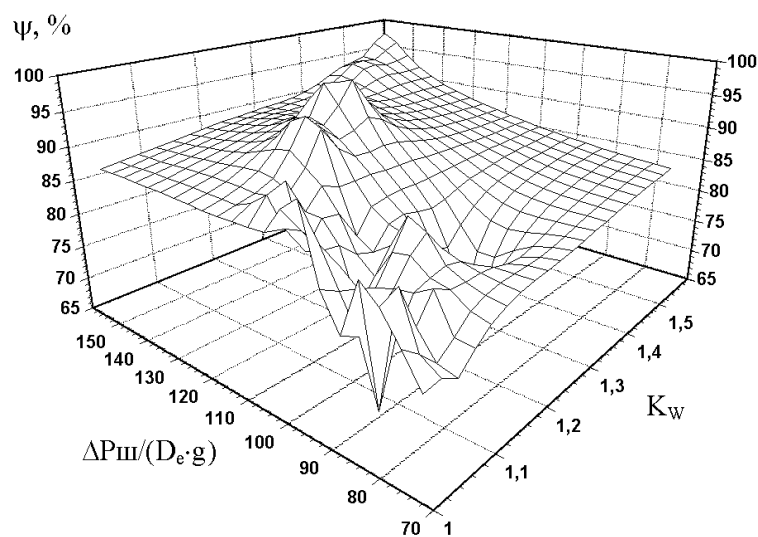


Рисунок 3.25 – Узагальнена залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P}{gD_e}, K_w\right)$ при утворенні азотно-кальцієво-гумінових добрив

За методикою п. 2.3 було розраховано апроксимацію розподілів за діаметрами для кожного моменту часу із середньоквадратичним відхиленням 1,80, параметри гамма-функції зведено до таблиці 3.3.

Динаміка зміни апроксимованих розподілів наведена на рис. 3.26.

Таблиця 3.2. – Параметри гамма-функції для азотно-кальцієво-гумінових добрив

τ , год	0,00	0,33	0,66	1,00	1,33	1,66	2,00	2,33
n	12	10	11	11	11	12	11	12
z	6,10	5,4	6,1	6,14	5,89	6,3	6,1	6,26
D_e^p	1,97	1,85	1,80	1,79	1,87	1,90	1,80	1,92
τ , год	2,66	3	3,33	3,66	4,00	4,33	4,66	5,00
n	14	14	14	16	14	12	12	10
z	6,78	6,65	6,4	7	6,2	4,6	4,34	3,5
D_e^p	2,06	2,11	2,19	2,29	2,26	2,61	2,76	2,86

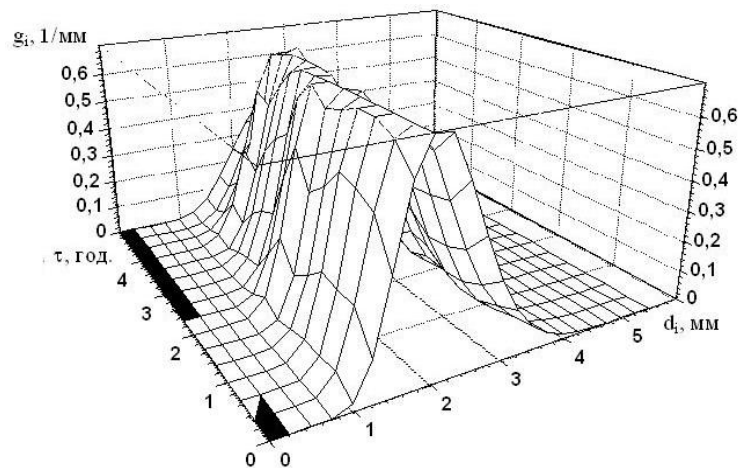


Рисунок 3.26 – Апроксимація масових розподілів гранул в шарі при одержанні азотно-кальцієво-гумінових добрив в інтервалі часу $0 \leq \tau \leq 5$ год ($1.9 \leq D_e \leq 2.8$ мм)

Загальний вигляд гуміново-азотно-кальцієвих добрив товарної фракції та зрізу гранули, наведений на рисунку 3.27, підтверджує припущення щодо

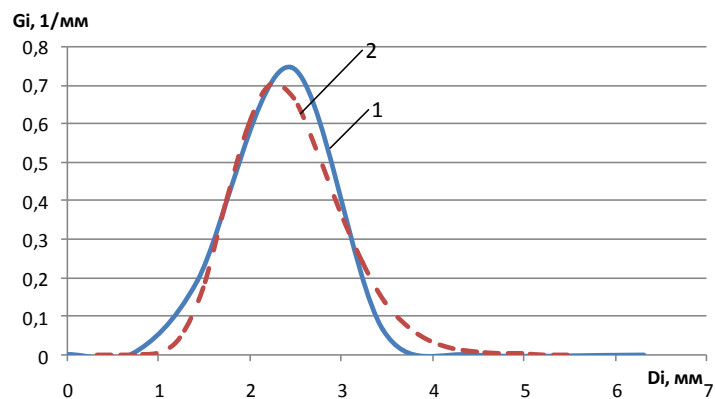
пошарового механізму утворення гранул. В той же час, в поверхневих мікрошарах спостерігаються кластерні макроутворення, рисунок 3.27 б.



a – товарна фракція гранул, *б* – зріз гранул збільшення 25 разів

Рисунок 3.27 – Загальний вигляд азотно-кальцієво-гумінових добрив та зріз гранули

Апроксимація масового розподілення гранул в апараті при одержанні гуміново-азотно-кальцієвих композитів в апараті для стаціонарного режиму за допомогою гамма-розподілення для $D_e=2,3$ мм наведена на рисунку 3.28.

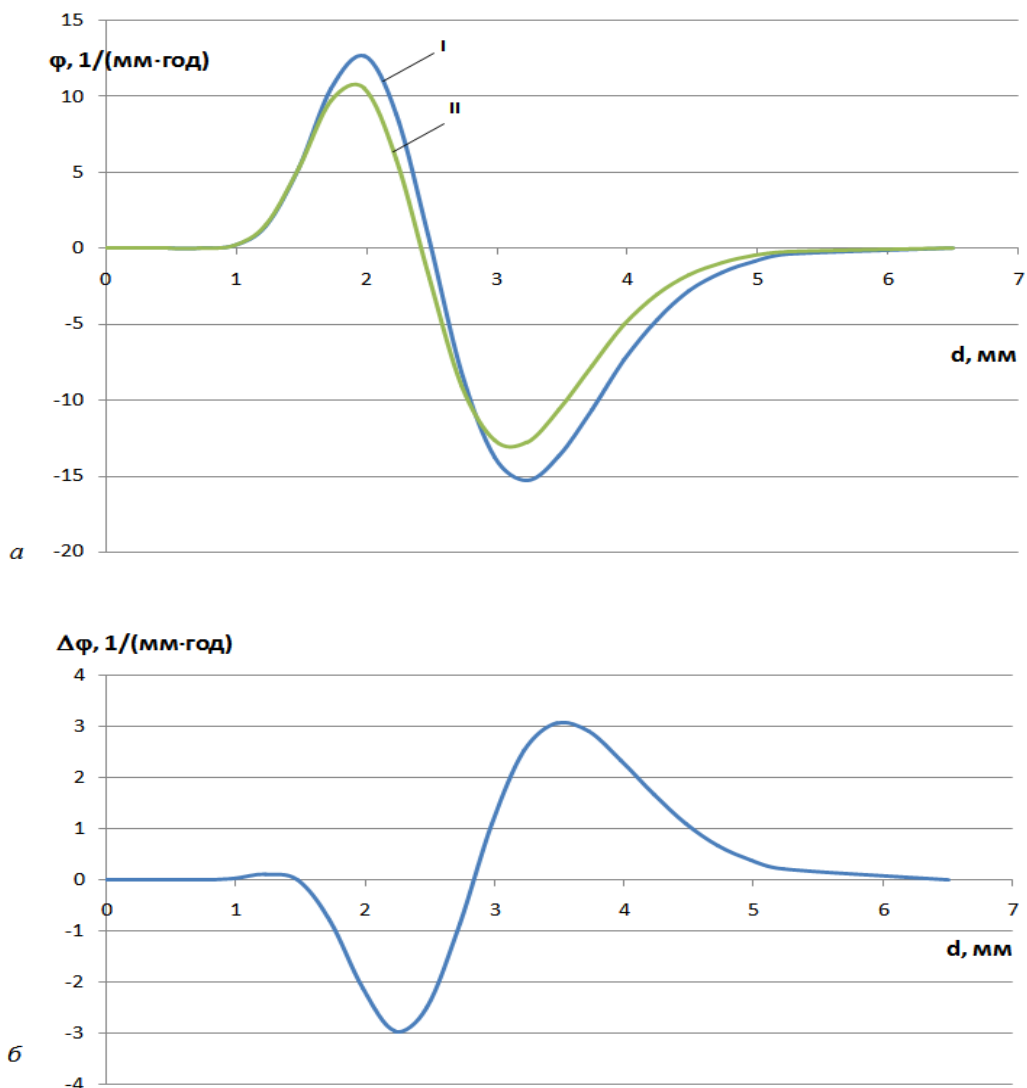


1 – експериментальне розподілення, *2* – розрахункове розподілення

Рисунок 3.28 – Порівняння масового розподілення гранул за розмірами в апараті азотно-кальцієво-гумінових добрив при $D_e=2,3$ мм

Розраховані за рівнянням (2.20) функції джерела та стоку $\varphi(D)$ для ідеального (II) та реального (I) процесів наведено на рисунку 3.29 *а*.

Для стабілізації дисперсного складу розраховано компенсаційну функцію $\Delta\varphi$, (2.15), рисунок 3.29 *б*. Набуття $\Delta\varphi$ від'ємних значень в діапазоні $1,5 \leq d \leq 2,8$ мм свідчить про недостатню інтенсивність утворення нових центрів грануляції цих розмірів. Набуття позитивних значень функцією $\Delta\varphi$ в інтервалі $2,8 \leq d \leq 5,0$ характеризує інтенсивність утворення частинок цих розмірів та недостатню інтенсивність їх виведення.



а – функції джерела і стоку: експериментальна I та розрахункова II
б – компенсаційна функція $\Delta\varphi = f(d)$ (зовнішній рецикл)

Рисунок 3.29 – Розрахунок потужності компенсаційної функції азотно-кальцієво-гумінових добрив

Динаміка функції втрат якості дисперсного складу $L=f(\tau)$ та коефіцієнта гранулоутворення $\psi=f(\tau)$ наведена на рисунку 3.30.

У часовому інтервалі $2,60 \leq \tau \leq 3,33$ год $L < 0,15$, що відповідає повному співпадінню із заданим дисперсним складом. При цьому коефіцієнт гранулоутворення змінювався від 78 до 87%.

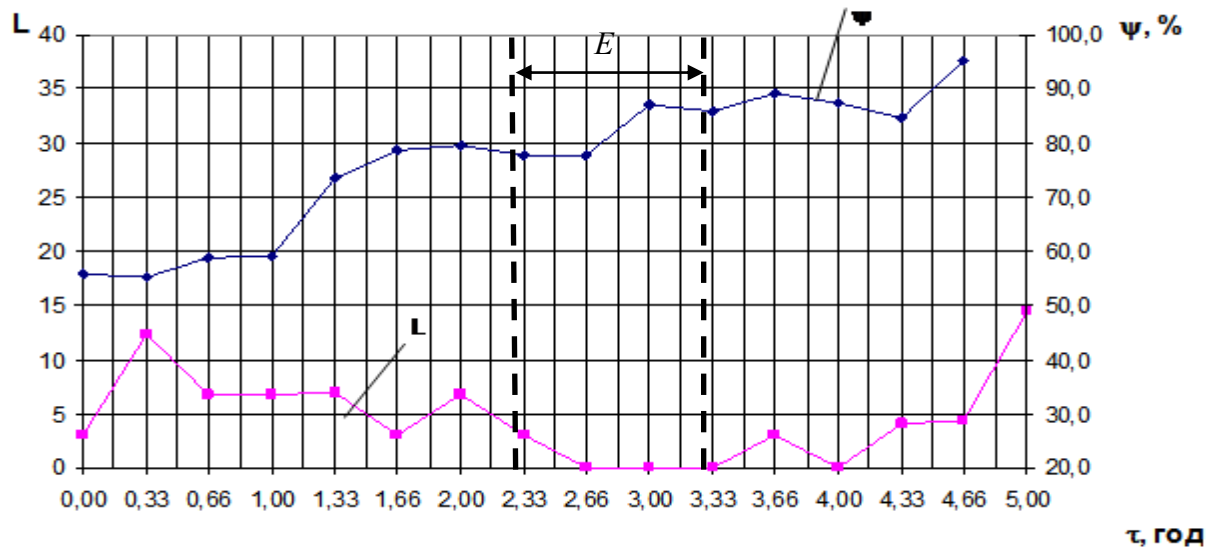


Рис. 3.30 Динаміка функції втрат якості та коефіцієнта гранулоутворення азотно-кальцієво-гумінових композитів

В даному випадку при зневодненні гетерогенних систем, де, окрім поверхневого механізму реалізується й агломераційний, тому тільки для $2,33 \leq \tau \leq 3,33$ год, досягнуті значення $L \leq 1$ при коефіцієнті гранулоутворення $\psi \geq 84\%$, що визначає область ефективного процесу E.

3.2.2 Визначення впливу технологічних параметрів на ефективність процесу утворення азотно-кальцієво-гумінових добрив

Метою експериментальних досліджень було визначення впливу технологічних параметрів на ефективність процесу гранулоутворення.

Ефективність процесу оцінювалась коефіцієнтом гранулоутворення. Досліди проводились на пілотній установці п. 2.5 згідно методики п. 2.3.

В якості технологічних параметрів були вибрані:

- температура теплоносія на вході до апарату $T_{вх}, ^\circ\text{C} - X_1$;
- температура теплоносія у псевдозрідженому шарі, $T_{ш}, ^\circ\text{C} - X_2$;
- приведена висота псевдозрідженого шару $\Delta P/D_e g, - X_3$.

Для побудови залежностей $\psi = f(T_{ex}, T_{ш}, \Delta P/D_e g)$ використовувався дрібнофакторний експеримент типу 2^{3-1} . Інтервали варіювання змінних X_1, X_2, X_3 та матриця планування наведені в таблицях 3.4 та 3.5.

Таблиця 3.4 – Інтервали варіювання змінних

Незалежні змінні	Позначення	Рівні варіювання			Інтервал варіювання
		верхній	основний	нижній	
$T_{ex}, ^\circ\text{C}$	X_1	205	195	185	10
$T_{ш}, ^\circ\text{C}$	X_2	105	100	95	5
$\Delta P/D_e g$	X_3	120	110	100	10

Таблиця 3.5 – Матриця планування та результати експерименту типу 2^{3-1} .

№	Планування				Результати		
	x_0	x_1	x_2	x_3	$\bar{\psi}$		
1	+1	-1	-1	-1	0,9631	0,9690	0,9519
2	+1	+1	+1	-1	0,9591	0,9060	0,9487
3	+1	+1	-1	-1	0,9211	0,9543	0,9231
4	+1	-1	+1	+1	0,9560	0,9487	0,9391

Для отримання залежності вибрано модель рівняння 1-го порядку:

$$\psi = b_0 x_0 + b_1 x_1 + b_2 x_2 + b_3 x_3. \quad (3.12)$$

Значущість коефіцієнтів рівняння (3.12) перевіряли за критерієм Стьюдента. Діагональні елементи коваріаційної матриці рівні між собою, тому

всі коефіцієнти рівняння визначаються з однаковою точністю:

$$S_{b_i} = \frac{1}{\sqrt{N}} S_{\text{восп.}} \quad (3.13)$$

Для всіх коефіцієнтів рівняння регресії складають співвідношення:

$$t_i = \frac{|b_i|}{S_{b_i}}, \quad (3.14)$$

яке порівнюють з табличним $t_{1-q} f$ для рівня значущості $q=0,05$ і числа ступенів свободи $f = N - m - 1$. За результатами рівняння (3.12) набуває вигляду:

$$\psi = 94,092 - 1,425X_1 + 0,75333X_2 - 1,37X_3, \quad (3.15)$$

де

$$X_1 = \frac{T_{\text{ex}} - 195}{10}; \quad (3.16)$$

$$X_2 = \frac{T_{\text{ш}} - 100}{5}; \quad (3.17)$$

$$X_3 = \frac{\Delta P / \text{Deg} - 110}{10}. \quad (3.18)$$

Рівняння набуває вигляду:

$$\psi = + 94,092 - 1,425 \frac{T_{\text{ex}} - 195}{10} - 1,37 \frac{\Delta P / \text{Deg} - 110}{10}. \quad (3.19)$$

Адекватність отриманої моделі перевірялася за критерієм Фішера. Значення розрахованого параметра $F=1,43$ є меншим від критичного $F_{\text{кр}}=3,24$ при рівні значимості 0,05, тобто виконується умова:

$$F \leq F_{\text{кр}}, \quad (3.20)$$

що підтверджує адекватність математичної моделі.

Для більш детального визначення впливу окремих параметрів на коефіцієнт гранулоутворення побудуємо залежності $\psi_i = f(x_i)$ при фіксованих значеннях інших параметрів в центрі плану експерименту. Всі залежності будуть лінійними.

$$\begin{aligned}
 \psi &= 94,092 & x_1 &= x_3 = 0 \\
 \psi_1 &= 94,092 - 1,425x_1 & x_3 &= 0 \\
 \psi_2 &= 94,092 - 1,37x_3 & x_1 &= 0
 \end{aligned}
 \tag{3.21}$$

Для даного випадку та умов проведення експерименту область раціональних значень можна визначити з рисунку 3.26.

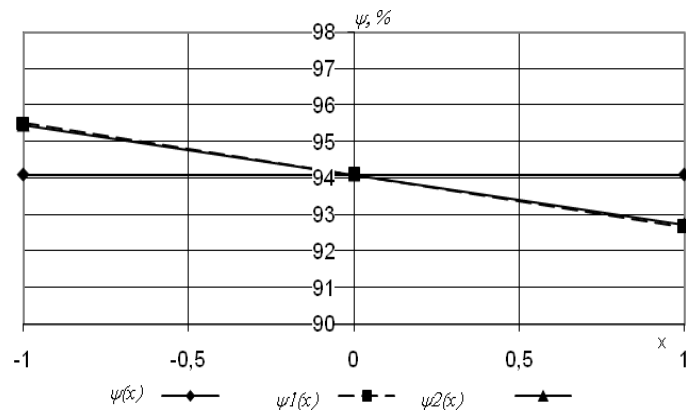


Рисунок 3.31 – Дослідження функції $\psi_i=f(x)$

Таким чином, одержане рівняння регресії адекватно описує залежність коефіцієнта гранулоутворення у вибраному інтервалі значень із діапазоном зміни $92,8 \leq \psi \leq 95,3\%$.

В цілому отримано експериментальне підтвердження положень фізичної моделі щодо одержання азотно-кальцієво-гумінових твердих композитів при зневодненні гетерогенних систем.

Визначено технологічні умови, при яких коефіцієнт гранулоутворення $\psi \geq 92 \div 98\%$. Розраховано потужність джерела нових центрів грануляції за умови стабілізації і проведена комплексна оцінка ефективності процесу.

3.3 Процес утворення азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив

Метою експериментальних досліджень є встановлення механізму і кінетичних характеристик процесу зневоднення композитних розчинів сульфату амонію з домішками карбонату кальцію, сульфату калію та гумінових речовин при одержанні азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив з пошаровою структурою.

3.3.1 Дослідження кінетичних характеристик процесу гранулоутворення азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив

Досліди проводились на пілотній установці, п. 2.5 за методикою п. 2.4. В якості вихідної рідкої фази використовується водяний розчин сульфату амонію, з домішками сульфату калію, карбонату кальцію та гумінових речовин. В перерахунку на діючу речовину гранульований продукт містив масові відсотки $N:Ca:K:Г=15:5:8:1$. Композитна рідка фаза вводилась спеціальним диспергатором дискового типу всередину псевдозрідженого шару.

Результати експериментальних досліджень процесу гранулоутворення комплексних азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив наведені на рисунках 3.32–3.43.

Еквівалентний діаметр D_e зростає від 1,9 до 2,8 мм в інтервалі часу $\Delta\tau = 3,33$ год, рисунок 3.32, що зумовлює значення параметра $dD_e / d\tau = 0,36$ мм/год.

Динаміка зміни масових відсотків окремих фракцій, рис. 3.33, показує за період $0 \leq \tau \leq 1,66$ год масовий відсоток фракції +1,0 мм спадає при одночасному зростанні масового відсотку фракції +3,0 мм. За період $0 \leq \tau \leq 0,66$ год масовий відсоток фракції +2,0 зростає, в період $0,66 \leq \tau \leq 1$ год відбувається невелике падіння масового відсотку фракції +2,0 з наступною стабілізацією до $\tau \leq 1,33$ год і наступним зростанням $1,33 \leq \tau \leq 1,66$.

Тобто, масовий відсоток фракції +2,0 мм знаходиться в межах 60÷70%, при одночасному зменшенні масового відсотку фракції +1,0 мм і адекватного збільшення масового відсотку фракції +3,0 мм.

Така динаміка зміни масових відсотків сусідніх фракцій свідчить про збільшення розмірів композитних утворень за рахунок багатократної кристалізації, що підтверджує положення фізичної моделі.

Зміна гідравлічного опору псевдозрідженого шару показана на рисунку 3.34. З метою стабілізації загальної поверхні частинок у

псевдозрідженому шарі, рис.3.34, здійснювалось адекватне збільшення гідравлічного опору від 2000 до 2700 Па.

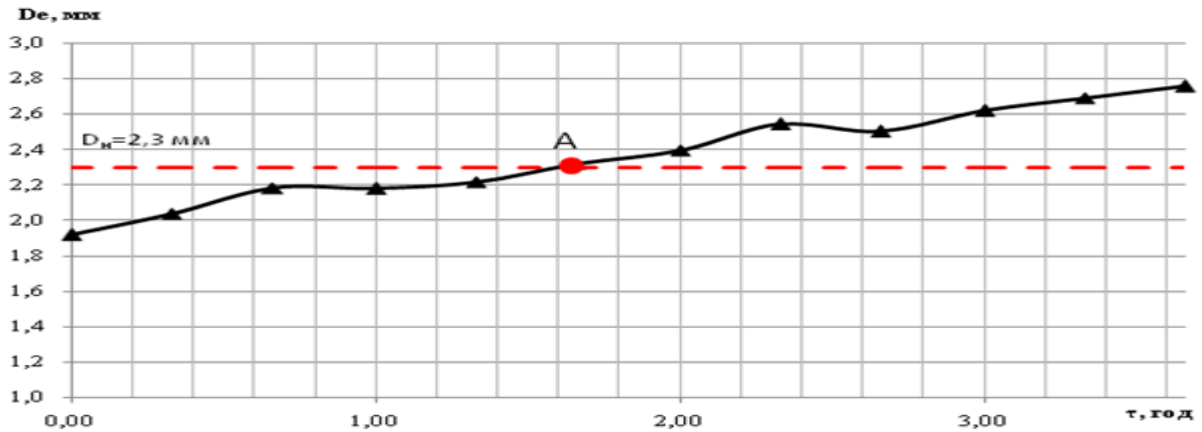
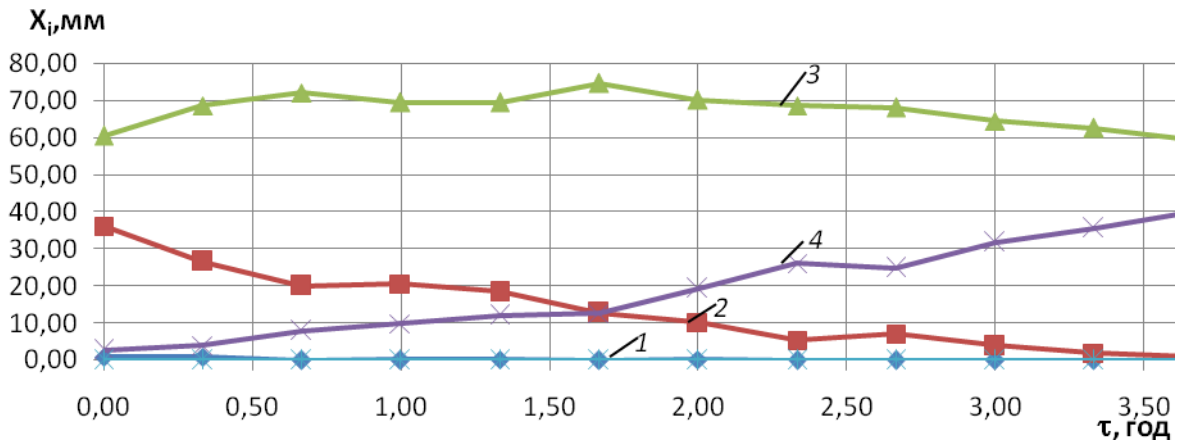


Рисунок 3.32 – Динаміка зміни еквівалентного діаметра гранул



1 – фракція +0,5 мм; 2 – фракція +1,0 мм; 3 – фракція +2,0 мм; 4 – фракція +3,0 мм

Рисунок 3.33 – Динаміка зміни масових відсотків окремих фракцій

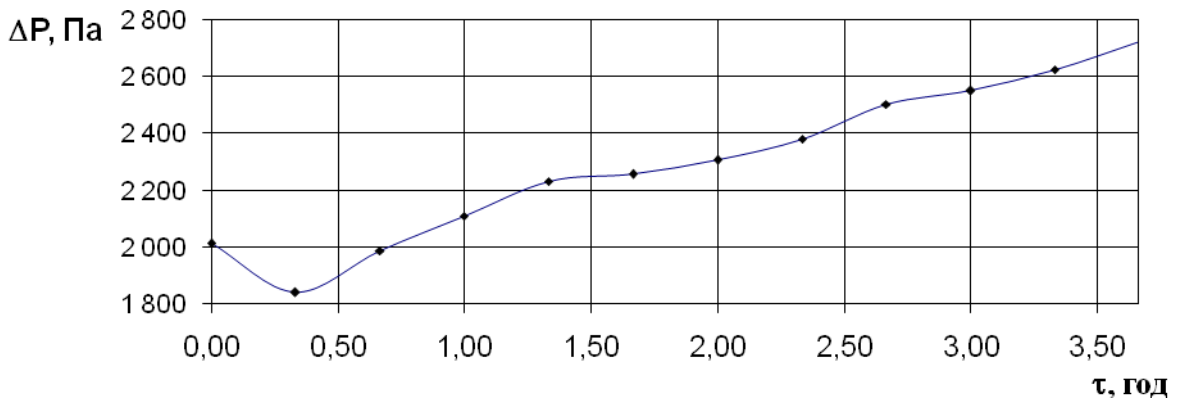


Рисунок 3.34 – Динаміка зміни гідравлічного опору псевдозрідженого шару

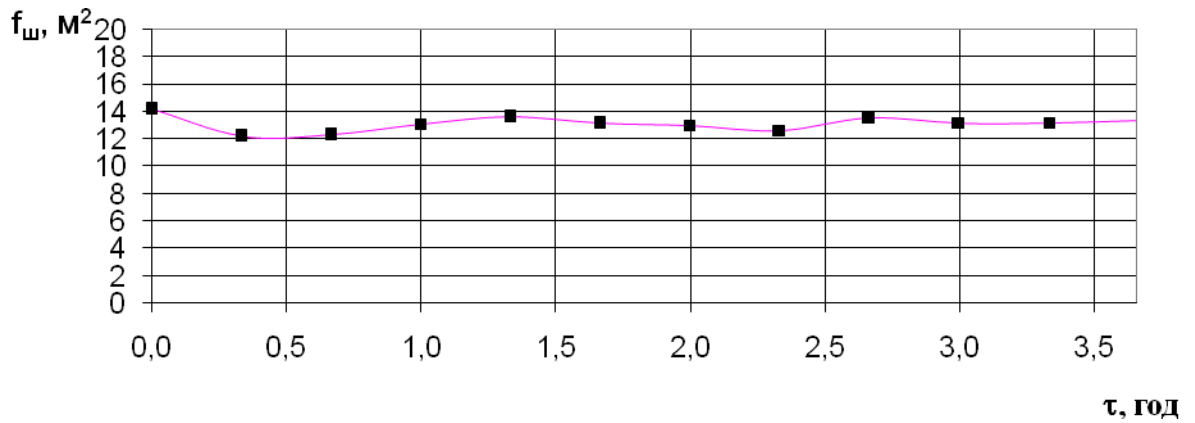


Рисунок 3.35 – Динаміка зміни загальної поверхні псевдозріженого шару

Для забезпечення відповідного теплового потоку від нагрітих гранул динаміка середніх значень температури шару, виміряної в характеристичній точці, наведена на рисунку 3.36 при підтриманні температури теплоносія на вході до апарату в межах 200 ± 5 °С.

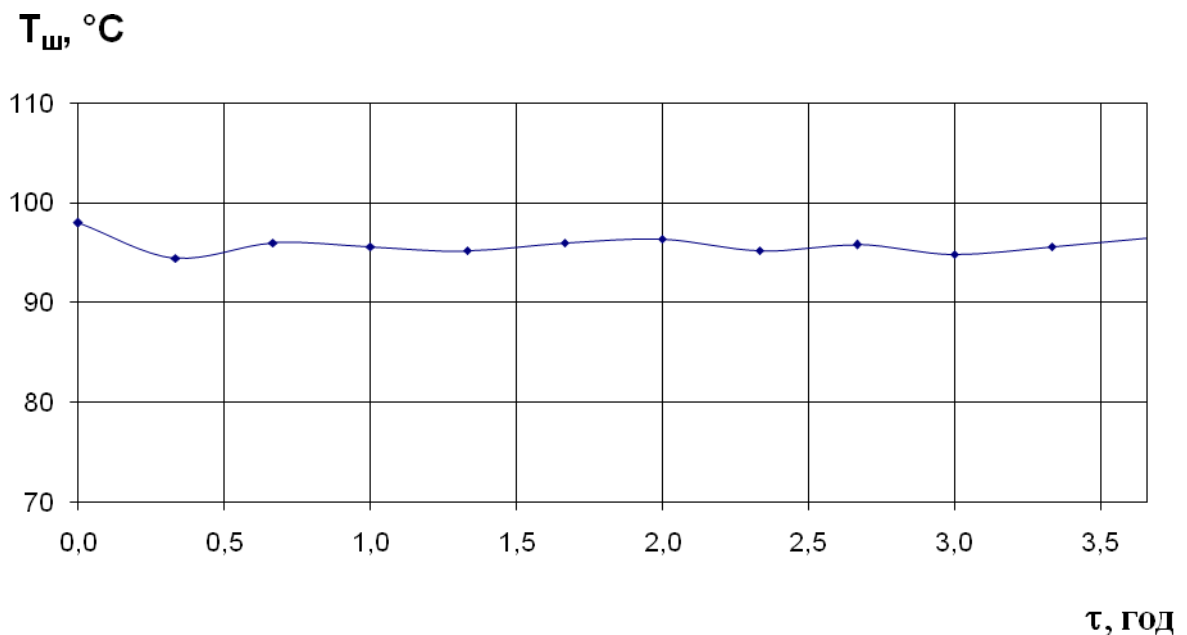


Рисунок 3.36 – Динаміка зміни температури псевдозріженого шару в характеристичній точці

Доцільність підтримання $T_{ш} = 95 \pm 3$ °С підтверджується динамікою зміни коефіцієнта гранулоутворення, який досягає свого максимуму поряд із застосуванням спеціального механізму, рисунок 3.37.

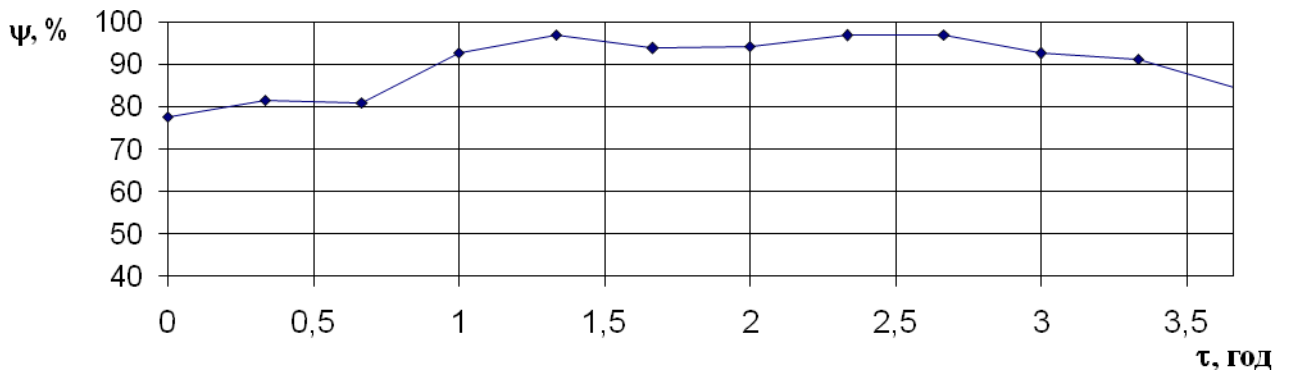


Рисунок 3.37 – Динаміка зміни коефіцієнта гранулоутворення

Тобто, вибрані технологічні параметри процесу дозволяють реалізувати кінетику утворення твердих композитних структур з ефективністю $\psi \geq 95\%$.

При цьому динаміка зміни приведенного питомого навантаження поверхні шару за вологою a_f , рисунок 3.38, змінюється в межах $0,3-0,45$ кг/(м²год).

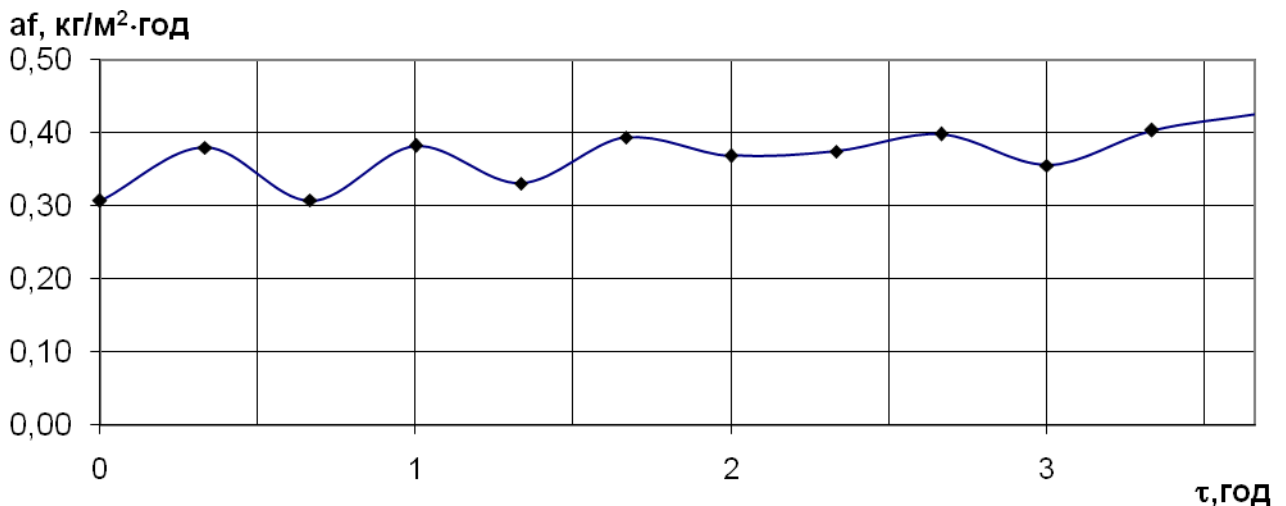


Рисунок 3.38 – Динаміка залежності $a_f = f(\tau)$

Експериментальна залежність коефіцієнта гранулоутворення ψ від приведеної висоти шару $\frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e}$, рисунок 3.39, показує, що $\psi = 93 \div 95\%$

досягається в діапазоні значень $98 \leq \frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e} \leq 105$.

Узагальнена експериментальна залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P}{gD_e}, K_w\right)$, рисунок 3.40,

дозволяє прогнозувати область для найбільш ефективного проведення процесу

утворення мінерально-гумінових композитів з рідких композитних систем. Так, при значенні $98 \leq \frac{\Delta P}{gD_e} \leq 110$ і числі псевдозрідження $1.1 \leq K_w \leq 1.4$ спостерігається досягнення значень коефіцієнту гранулоутворення $\psi > 95\%$. Зменшення цього параметра до 80% спричинене зменшенням коефіцієнта гранулоутворення.

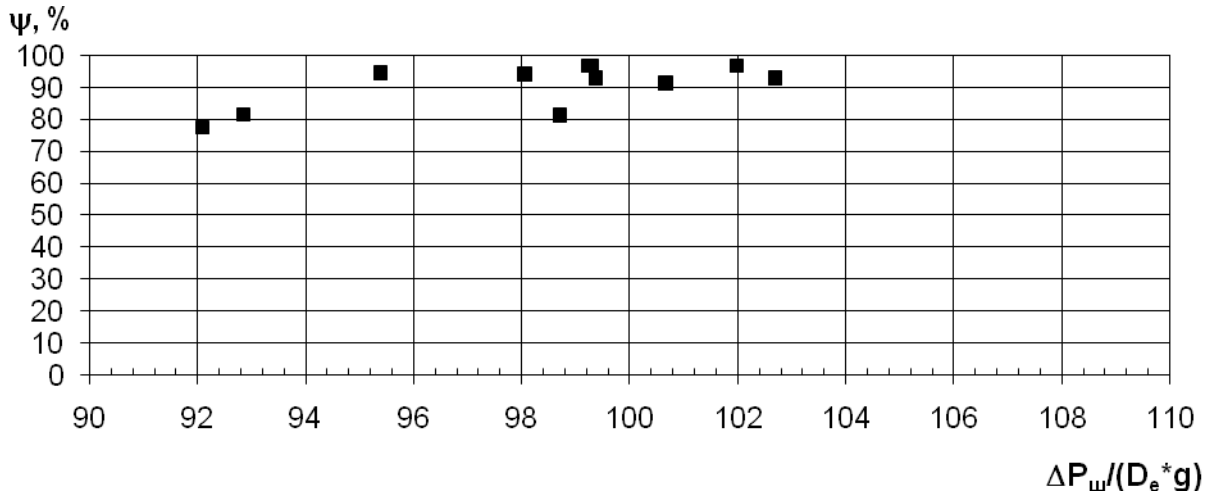


Рисунок 3.39 – Експериментальна залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P_{ш}}{gD_e}\right)$

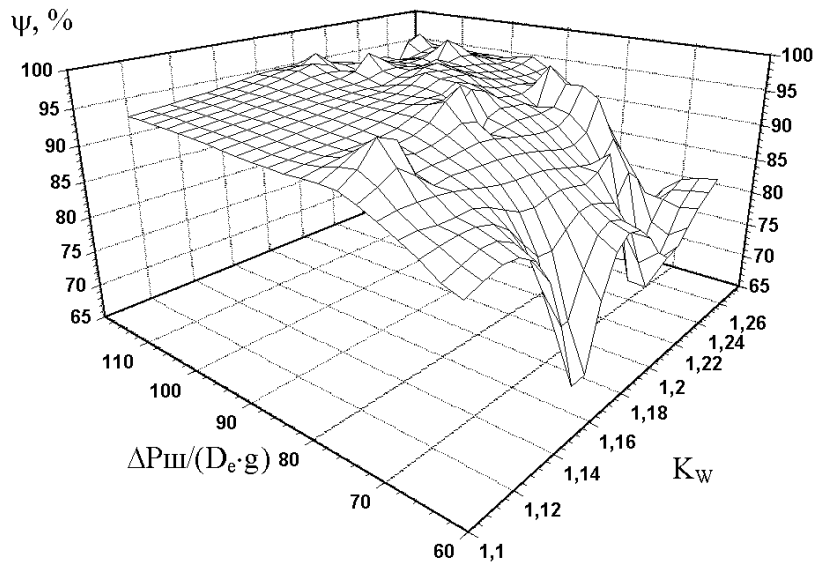


Рисунок 3.40 – Узагальнена залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P_{ш}}{gD_e}, K_w\right)$ при утворенні азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив

За методикою п. 2.3 було розраховано апроксимацію розподілів за діаметрами для кожного моменту часу із середньоквадратичним відхиленням 0,70, параметри гамма-функції зведено до таблиці 3.6.

Зміна апроксимованих масових розподілів гранул в шарі наведена на рисунку 3.41.

Таблиця 3.6 – Параметри гамма-функції для гуміново-кальцієво-калійно-азотних твердих композитів

τ	0,00	0,33	0,66	1,00	1,33	1,66	2,00	2,33	2,66	3,00	3,33	3,66
n	14,00	13,00	18,00	15,00	13,00	19,00	12,00	18,00	17,00	18,00	20,00	24,00
z	7,03	6,34	8,30	6,80	5,70	8,00	4,87	7,09	6,71	6,86	7,63	8,59
D_e^p	1,99	2,05	2,17	2,21	2,28	2,38	2,46	2,54	2,53	2,62	2,62	2,79

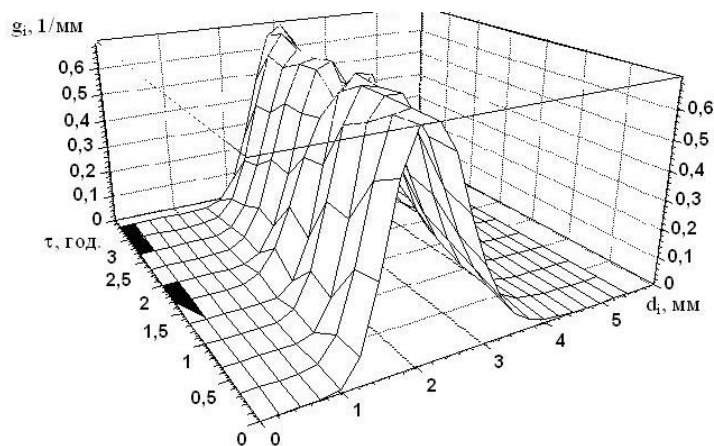
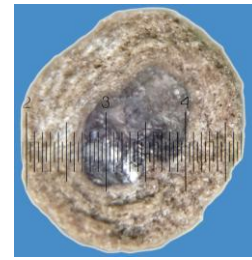


Рисунок 3.41 – Апроксимація масових розподілів гранул в шарі при одержанні азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив в інтервалі часу $0 \leq \tau \leq 3,66$ год ($1,9 \leq D_e \leq 2,8$ мм)

Загальний вигляд товарної фракції азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив та зрізу гранули наведено на рисунку 3.42.



а

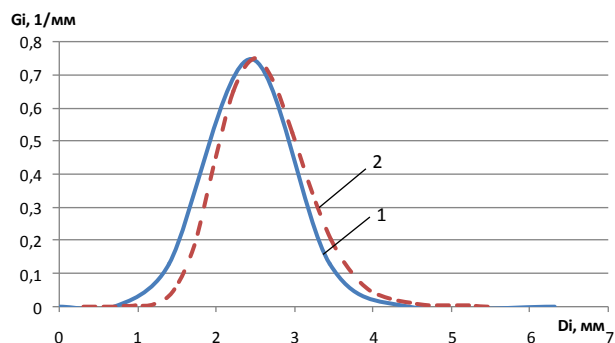


б

а – товарна фракція гранул б – зріз гранул (збільшення в 30 разів)

Рисунок 3.42 – Загальний вигляд азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив та зрізу гранули

Апроксимація масового розподілення гранул в апараті при одержанні азотно-кальцієво-гумінових композитів в апараті для стаціонарного режиму за допомогою гамма-розподілення наведена на рис. 3.43, похибка становить 2,36%.

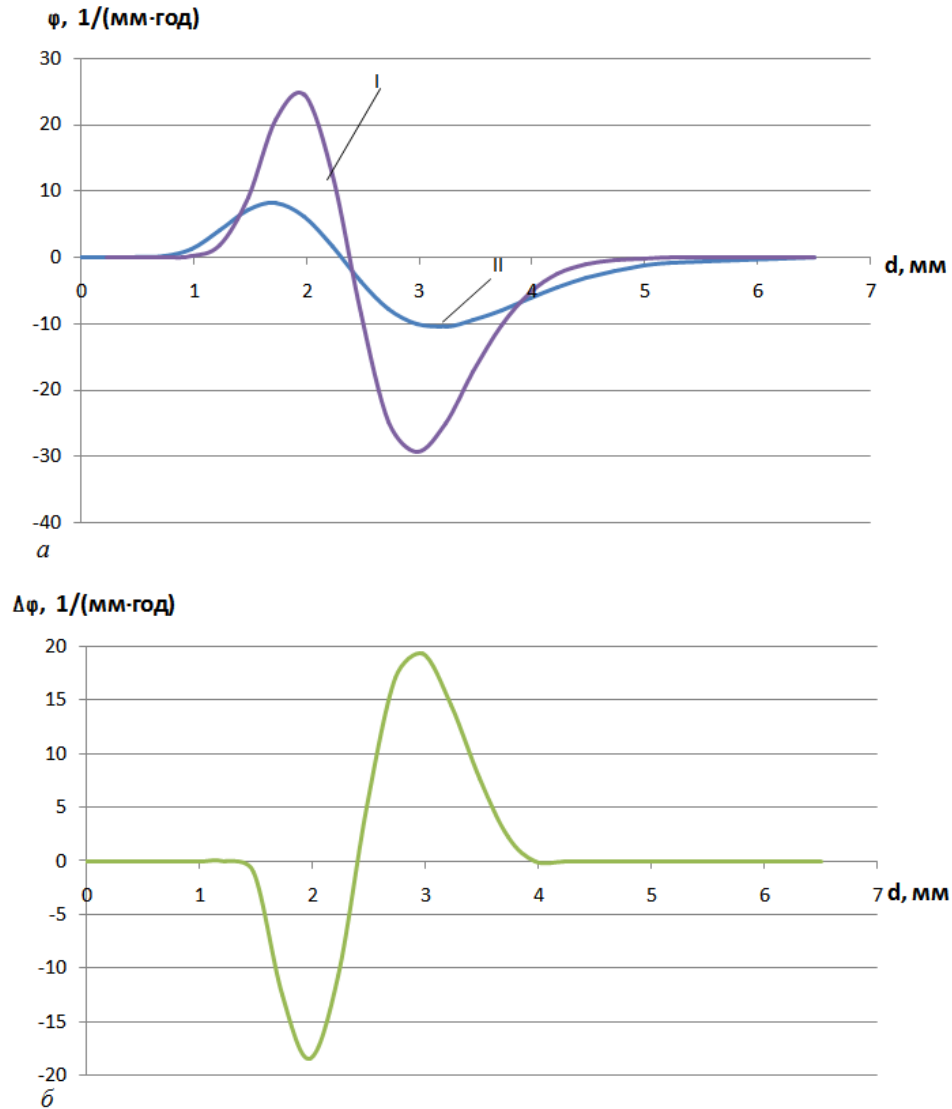


1 – експериментальне розподілення; 2 – розрахункове розподілення (заданий $D_e=2,3$ мм)

Рисунок 3.43 – Порівняння масових розподілень гранул за розмірами в апараті в усталеному процесі утворення азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив

Умови стабілізації дисперсного складу гранульованого продукту в заданих межах проводяться шляхом порівняння функцій потужності джерела утворення нових центрів грануляції розрахункової, крива II та реальної, крива I в апараті, рисунок 3.44 а.

Для стабілізації дисперсного складу в апараті проводився розрахунок потужності зовнішнього джерела центрів грануляції у вигляді компенсаційної функції $\Delta\phi$, рис. 3.44 б.



a – функція джерела і стоку експериментальна *I* та розрахункова *II*
б – компенсаційна функція $\Delta\phi = f(d)$ (зовнішній рецикл)

Рисунок 3.44 – Розрахунок потужності зовнішнього джерела при одержанні азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив

Так, від'ємні значеннями функції $\Delta\phi$ в інтервалі значень $1,5 \leq d \leq 2,2$ мм свідчать про необхідність введення із зовні нових центрів грануляції таких

розмірів, а додатні значення в інтервалі $2,3 \leq d \leq 5$ мм свідчать про надлишок в апараті частинок цих розмірів, які повинні бути своєчасно виведені з апарату.

Динаміка функцій втрат якості та коефіцієнта гранулоутворення наведена на рисунку 3.45. Аналіз наведених результатів показує, що при $\tau=1,00$ год значення коефіцієнта $\psi > 93\%$ дисперсний склад гранульованого продукту відповідає вимогам в двох точках – $\tau=1,66$ год ($L=0$) та $\tau=2,66$ год ($L=1$).

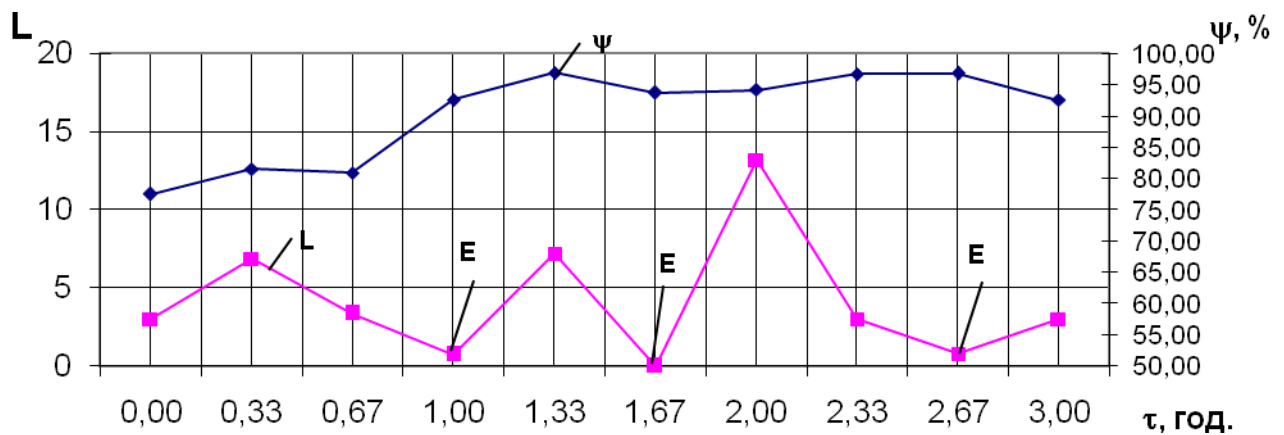


Рисунок 3.45 – Функція втрат якості та коефіцієнт гранулоутворення гуміново-азотно-кальцієво-калійних добрив

Таким чином, зі збільшенням вмісту концентрації твердих частинок з низькою розчинністю K_2SO_4 та $CaCO_3$ механізм утворення зводиться до агломерації.

При проведенні процесу гранулоутворення з високими значеннями коефіцієнта $\psi \geq 95\%$ необхідно збільшувати потужність зовнішнього джерела нових центрів грануляції при одночасному виведенні гранул фракції $+2,0$ мм. Узгодження цих процесів визначить ефективність одержання твердих композитів.

Разом з тим, при одержанні чотирьохкомпонентних мінерально-гумінових композитів за рахунок наявної агломерації коефіцієнт гранулоутворення $\psi \geq 95\%$, проте дисперсний склад гранул не завжди відповідає заданому, $L > 1$, рис. 3.45. Тобто область ефективного проведення процесу трансформується в точку.

Це пояснюється багатофакторністю та стохастичною природою процесу. Тому для врахування складної причинно-наслідкової залежності взаємодії між технологічними параметрами процесу та якістю гранульованого продукту при ефективному проведенні процесу запропоновано застосувати модель нечіткої логіки.

3.3.2 Визначення впливу технологічних параметрів на ефективність процесу утворення азотно-кальцієво-калійно-гумінових добрив

Метою експериментальних досліджень було визначення впливу технологічних параметрів на ефективність процесу гранулоутворення. Досліди проводились на пілотній установці п. 2.5 згідно методики п. 2.3.

В якості технологічних параметрів були вибрані:

- гідравлічний опір псевдозрідженого шару $\Delta P_{\text{ш}}$, Па – x_1 ;
- температура теплоносія на вході до апарату $T_{\text{вх}}$, °С – x_2 ;
- температура теплоносія у псевдозрідженому шарі, $T_{\text{ш}}$, °С – x_3 .

Для отримання залежності вибрано модель неповного 2-го порядку

$$y = a_0x_0 + a_1x_1 + a_2x_2 + a_3x_3 + a_4x_1x_2 + a_5x_1x_3 + a_6x_2x_3 + a_7x_1x_2x_3. \quad (3.22)$$

В якості параметра ефективності вибрано коефіцієнт гранулоутворення ψ , який визначався за формулою (2.25).

Для побудови залежностей $\psi = f(T_{\text{вх}}, T_{\text{ш}}, \Delta P_{\text{ш}})$ використовувався повний факторний експеримент типу 2^3 . Інтервали варіювання змінних x_1 , x_2 , x_3 наведені в таблиці 3.7.

Матриця планування та результати експерименту наведені в таблиці 3.8.

Таблиця 3.7 – Інтервали варіювання змінних

Незалежні змінні	Позначення	Рівні варіювання			Інтервал варіювання
		верхній	основний	нижній	
$T_{вх}, ^\circ\text{C}$	x_1	185	195	205	10
$T_{ш}, ^\circ\text{C}$	x_2	95	100	105	5
$\Delta P, \text{Па}$	x_3	1800	2000	2200	200

Таблиця 3.8 – Матриця планування та результати експерименту

№	Планування								Параметри оптимізації				
	x_0	x_1	x_2	x_3	x_1x_2	x_1x_3	x_2x_3	$x_1x_2x_3$	Ψ'_1	Ψ''_1	Ψ'''_1	$\bar{\Psi}_i$	Дисперсія ($\bar{\Psi}_i - \Psi_i$) ²
1	+1	-1	-1	-1	+1	+1	+1	-1	64.95	68.5	60	64.48	0,19
2	+1	+1	+1	-1	+1	-1	-1	-1	58.7	62.6	64.3	61.87	0,4
3	+1	+1	-1	-1	-1	-1	+1	+1	69.1	68.3	78.6	72	0,4
4	+1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	-1	73.6	62.2	75.6	70.47	0,19
5	+1	-1	-1	+1	+1	-1	-1	+1	70.4	63.6	65.7	66.57	0,19
6	+1	-1	+1	-1	-1	+1	-1	+1	62.3	68.4	61.9	64.2	0,4
7	+1	+1	-1	+1	-1	+1	-1	-1	77.55	80.6	82.1	80.08	0,4
8	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	65.4	70.3	67.1	67.6	0,19

Значущість коефіцієнтів рівняння (3.22) перевіряли за критерієм Стюдента. Діагональні елементи коваріаційної матриці рівні між собою, тому всі коефіцієнти рівняння визначаються з однаковою точністю:

$$S_{b_i} = \frac{1}{\sqrt{N}} S_{\text{восп.}} \quad (3.23)$$

Для всіх коефіцієнтів рівняння регресії складають співвідношення:

$$t_i = \frac{|b_i|}{S_{b_i}}, \quad (3.24)$$

яке порівнюють з табличним $t_{1-q} f$ для рівня значущості $q=0,05$ і числа ступенів свободи $f = N - m - 1$. За результатами рівняння (3.22) набуває вигляду:

$$\psi = 68,41x_0 + 1,98x_1 - 2,37x_2 + 2,77x_3 - 3,28x_1x_2 + 0,68x_1x_3 + 0,23x_2x_3 - 0,82x_1x_2x_3, \quad (3.25)$$

$$\text{де } x_1 = \frac{T_{\text{вх}} - 195}{10}; x_2 = \frac{T_{\text{ш}} - 100}{5}; x_3 = \frac{\Delta P - 2000}{200}. \quad (3.26)$$

Оцінка значимості коефіцієнтів регресії наведена в таблиці 3.9.

З урахуванням результатів таблиці 3.6, рівняння математичної моделі (3.25) набуває вигляду:

$$\psi = 68,41x_0 + 1,98x_1 - 2,37x_2 + 2,77x_3 - 3,28x_1x_2. \quad (3.27)$$

Адекватність отриманої моделі перевірялася за критерієм Фішера. Значення розрахованого параметра $F=1,43$ є меншим від критичного $F_{кр}=3,24$, тобто виконується умова:

$$F \leq F_{кр}, \quad (3.28)$$

що підтверджує адекватність математичної моделі.

Аналіз рівняння (3.26) показує, що найбільший вплив мають параметри x_2 та x_3 , що виражається значенням коефіцієнтів при них. Для більш детального визначення впливу окремих параметрів на коефіцієнт гранулоутворення побудуємо залежності $\Psi_i = f(x_i)$ при фіксованих значеннях інших параметрів в центрі плану експерименту, рисунок 3.45. Всі залежності будуть прямими:

$$\left. \begin{array}{l} \psi = 68,41 \quad x_1 = x_2 = x_3 = 0 \\ \psi_1 = 68,41 + 1,98x_1 \quad x_2 = x_3 = 0 \\ \psi_2 = 68,41 - 2,37x_2 \quad x_1 = x_3 = 0 \\ \psi_3 = 68,41 + 2,77x_3 \quad x_1 = x_2 = 0 \end{array} \right\} \quad (3.29)$$

Щоб провести визначення координат екстремуму цільової функції, прирівняли до нуля похідні по факторам і розв'язали отриману систему лінійних рівнянь:

$$\left. \begin{array}{l} 1,98 - 3,28x_2 = 0 \\ -2,37 - 3,28x_1 = 0 \end{array} \right\} \quad (3.30)$$

Розв'язок системи: $x_1=0,6$, $x_2=0,72$, $x_3=0$. Тобто параметри процесу: $T_{вх}=187,8$ °C, $T_{ш}=98$ °C, $\Delta P=2000$ Па.

Координати екстремуму дещо зміщені відносно центру плану експерименту, що свідчить про необхідність проведення додаткових експериментів.

Для даного випадку та умов проведення експерименту область

оптимальних значень можна визначити з рисунку 3.39.

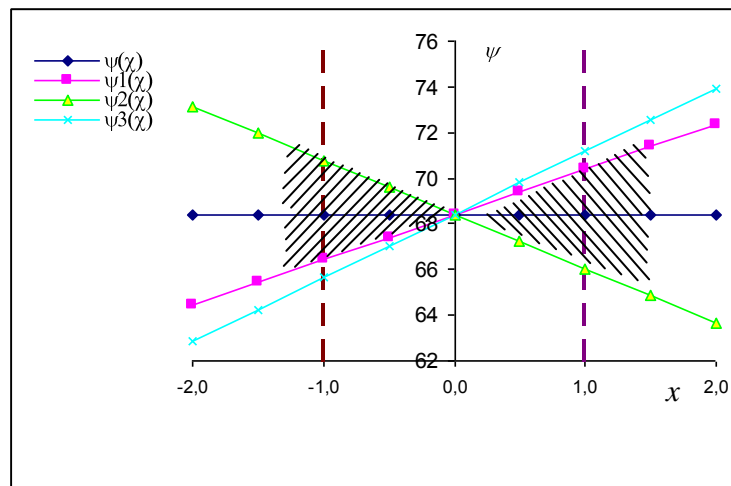


Рисунок 3.45 – Графіки функції $\psi_i = f(x_i)$

Таким чином, отримане регресійне рівняння адекватно описує залежність коефіцієнта гранулоутворення в інтервалі значень $92 \leq \psi \leq 96,5$.

Проведені експериментальні дослідження підтвердили положення фізичної і математичної моделей процесу утворення азотно-кальцієво-калійно-гумінових твердих композитів.

Визначено технологічні умови одержання продукту при коефіцієнті гранулоутворення $\psi \geq 92 \div 98\%$. Для визначення умов стабілізації процесу розраховано потужність джерела нових центрів грануляції, проведена комплексна оцінка ефективності процесу через визначення величин функції втрат якості при задовільному коефіцієнті гранулоутворення.

3.4 Теплообмін в псевдозрідженому шарі

Завдяки великій поверхні теплообміну добуток $\alpha F_{\text{ш}}$ коефіцієнт α_2 не впливає на швидкість теплообміну та розрахунок процесу, величина його може бути визначена на основі рівнянь теплового балансу. Для перевірки цього припущення було проведено порівняння фактичної кількості теплоти, що витрачається на процес гранулоутворення та теоретична кількість теплоти на проведення процесу.

Фактична кількість теплоти для кожного режиму гранулювання визначається з теплового балансу за теплоносієм:

$$Q_{\phi} = Q_{\text{в}} - Q_n,$$

де $Q_{\text{в}}$ – теплота, що віддається теплоносієм в апараті, Q_n – теплові втрати в навколишнє середовище.

$$Q_{\text{в}} = G_{\text{в}}(J_1 - J_2),$$

де $G_{\text{в}}$ – витрати повітря, кг/год,

J_1 – теплоємність повітря на вході в шар, кДж/кг повітря;

J_2 – теплоємність використаного теплоносія при температурі теплоносія на виході з шару, кДж/кг повітря;

Теплоємність повітря визначалась із співвідношення:

$$J = 0,24t + (595 + C_{\text{п}}t)d_{\text{п}},$$

де t – температура теплоносія, °С;

$C_{\text{п}}$ – теплоємність пари, кДж/кг;

$d_{\text{п}}$ – вологовміст повітря, кг/кг.

Теоретичні витрати теплоти на процес гранулювання в псевдозрідженому шарі розраховуються з рівняння:

$$Q_{\text{р}} = G_{\text{с}}(Ct_2 - Ct_1) + W(r + C_{\text{п}}t_2) - Wt_1 - qG_{\text{с}},$$

де $G_{\text{с}}$ – кількість сухих речовин, що подаються до апарату з розчином, кг/год;

t_2 – температура шару, °С;

W – кількість вологи, що випаровується в апараті, кг/год;

q – теплота, що виділяється при кристалізації розчину, кДж/кг;

t_1 – температура розчину, що подається до апарату °С;

Отримані співвідношення фактичних та теоретичних витрат теплоти співставлені у координатах $Q_{\phi}: Q_{\text{р}}$

Приведе рівняння апроксимується прямою, що проходить через початок координат, рисунок 3.46.

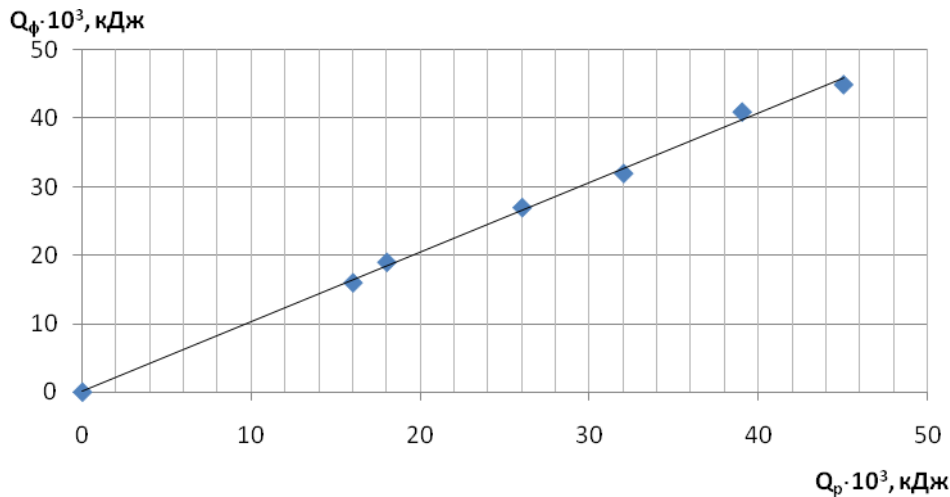


Рисунок 3.46 – Залежність між фактичними та розрахованими втратами теплоти

Тангенс кута нахилу прямої до вісі абсцис записується співвідношенням

$$\operatorname{tg} \alpha = Q_\phi / Q_p .$$

Аналіз дослідних даних показує, що в інтервалі $6500 \leq Q \leq 14000$ Вт/год експериментальні дані можуть бути описані з похибкою

$$Q_\phi / Q_p = 1 .$$

Тобто, в процесі проведення теоретично-експериментальних досліджень встановлено, що температура теплоносія на виході з апарату практично дорівнює температурі матеріалу в шарі.

Високу інтенсивність теплообміну можна пояснити великим значенням добутку $\alpha_2 F_{\text{ш}}$ і відносно високою швидкістю потоку в шарі. Інтенсивність теплообміну в досліджуваному діапазоні режимних параметрів також є високою, що пояснюється особливостями гідродинаміки та високою температурою матеріалу ($t_{\text{ш}} > 100^\circ\text{C}$). Вологість гранул в досліджуваному діапазоні не перевищує 0,2%. Висота рухомого шару знаходиться в межах 320–350 мм. Авторами [105] показано, що при зневодненні та гранулюванні водяних розчинів сульфату амонію з домішками мінеральних та гумінових речовин у псевдозрідженому шарі максимальна висота зони інтенсивного тепло-масообміну становить 100 мм. Таким чином, висота шару в даному випадку

перевищує зону інтенсивного тепло- масообміну, що підтверджує припущення щодо балансової задачі по теплообміну.

Таким чином, значна величина $\alpha F_{ш}$ та високі відносні швидкості обтікання частинок теплоносієм забезпечують повний теплообмін на невеликій початковій ділянці псевдозрідженого шару. Тому розрахунок теплообміну при гранулоутворенні мінерально-гумінових композитів з рідких систем можливо проводити за рівняннями теплового балансу.

3.4 Висновки до розділу 3

1. Проведені експериментальні дослідження підтвердили положення фізичної моделі утворення азотно-гумінових, азотно-кальцієво-гумінових та азотно-кальцієво-калійно-гумінових твердих композитів з пошаровою структурою.

2. Експериментально визначено технологічні параметри стійкої кінетики утворення твердих композитів з коефіцієнтом гранулоутворення $\psi \geq 92\%$.

3. Дослідним шляхом встановлено, що дисперсний склад гранул у псевдозрідженому шарі описується γ -розподіленням з вірогідністю 0,95, для перехідного та стаціонарного процесів.

4. Експериментально встановлено, що наявність нерозчинних сполук карбонату кальцію та слабозчинних речовин сульфату калію у водяних розчинах сульфату амонію суттєво зменшують потужність зовнішнього джерела нових центрів грануляції у псевдозрідженому шарі. Тому для стабілізації дисперсного складу необхідно збільшити потужність зовнішнього рециркулу із заданим масовим розподіленням, яка розраховується за математичною моделлю.

5. Дослідним шляхом встановлено, що наявності в робочому розчині суспендованих частинок призводить до більшої втрати якості дисперсного складу гранульованого продукту при значеннях коефіцієнта гранулоутворення

$\psi \geq 90\%$. Це підтверджує доцільність застосування комплексної методики оцінки ефективності процесу.

6. Експериментально визначено умови стійкої кінетики гранулоутворення азотно-гумінових, азотно-кальцієво-гумінових та азотно-кальцієво-калієво-гумінових добрив із значенням коефіцієнта гранулоутворення $\psi \geq 80\%$.

7. Експериментально встановлено стохастичну природу утворення гуміново-мінеральних твердих композитів з пошаровою структурою при зневодненні композитних рідких систем у псевдозрідженому шарі.

РОЗДІЛ 4

УЗАГАЛЬНЕННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ ДОСЛІДЖЕНЬ ТА ЇХ ПРАКТИЧНЕ ЗАСТОСУВАННЯ

4.1 Перевірка адекватності математичної моделі безперервного процесу утворення мінерально-гумінових добрив

Метою експериментальних досліджень було перевірити положення фізичної і математичної моделей щодо розрахунку потужності зовнішнього рециркулу, необхідного для стабілізації дисперсного складу.

4.1.1 Дослідження кінетики процесів утворення азотно-гумінових добрив з використанням рециркулу

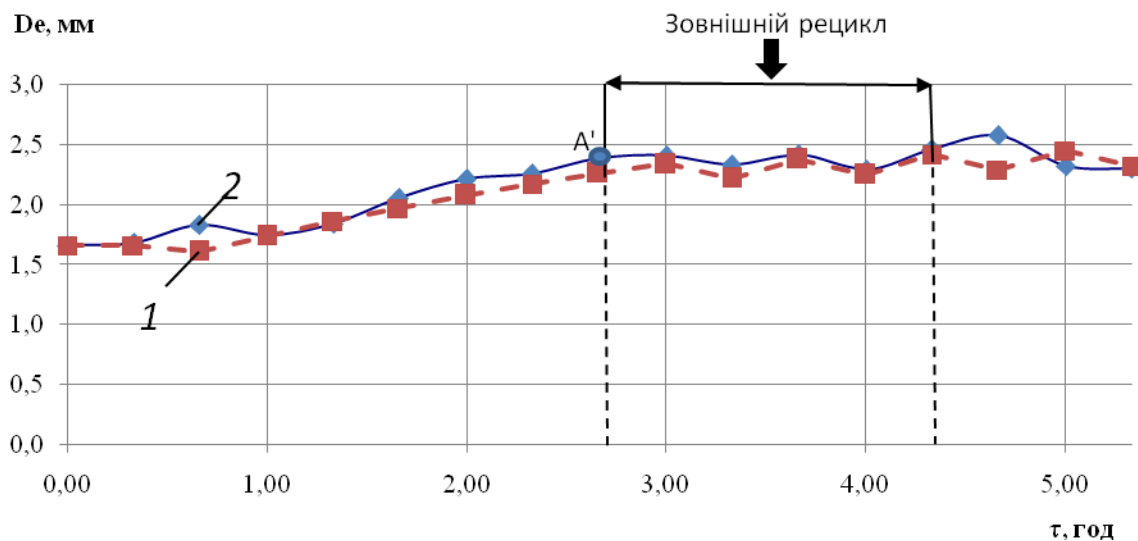
Досліди проводилися на експериментальній установці., п.2.5. В якості робочого розчину використовувався водяний 40% розчин сульфату амонію, який містив відповідну кількість гумінових речовин, що забезпечило одержання добрив із співвідношенням азоту та гумінових речовин $N : Г = 20,0 : 1,0$. Час проведення дослідів $\tau = 5,33$ год.

Результати експериментальних досліджень наведені на рисунках 4.1 – 4.10.

Динаміка зміни еквівалентного діаметра в інтервалі часу $0 \leq \tau \leq 2,66$ год показує монотонне зростання еквівалентного діаметру, рисунок 4.1. В інтервалі часу $2,66 \leq \tau \leq 4,33$ здійснювалось введення зовнішнього рециркулу, розраховане за рівнянням (2.15) з еквівалентним діаметром 1,4 мм та масовими витратами 1,1 кг/год, що дозволило досягти стабілізації еквівалентного діаметра на рівні 2,33 мм, рис. 4.1.

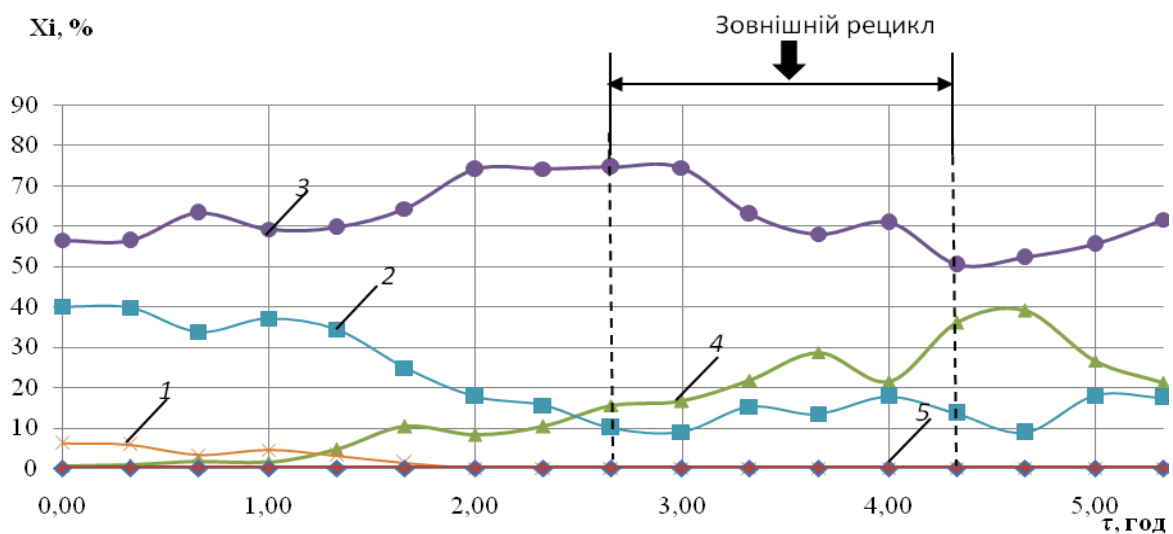
Припинення введення зовнішнього рециркулу в інтервалі $4,33 \leq \tau \leq 4,66$, рисунок 4.1, призводить до збільшення еквівалентного діаметра до $D_e = 2,57$ мм.

Динаміка зміни окремих фракцій гранульованого продукту, рисунок 4.2, в інтервалі $2,66 \leq \tau \leq 5,33$, показує, що введення зовнішнього рециклу зменшує масовий відсоток фракції $+2,00$ мм з 75 до 50% при стабілізації масового відсотку фракції $+1,00$ мм в межах 10–15%. При цьому спостерігається зростання масового відсотку фракції $+3,00$ мм з 10 до 35%. Це свідчить про недостатнє вилучення гранул фракції $+3,00$ мм, що може бути досягнуто за рахунок їх часткового виведення та подрібнення.



1 – дослідна, 2 – розрахункова залежності

Рисунок 4.1 – Динаміка зміни еквівалентного діаметра $D_e=f(\tau)$



1 – фракція $+0,5$ мм; 2 – фракція $+1,0$ мм; 3 – фракція $+2,0$ мм; 4 – фракція $+3,0$ мм; 5 – фракція $+4$ мм;

Рисунок 4.2 – Динаміка зміни масових відсотків окремих фракцій

Динаміка зміни гідравлічного опору псевдозрідженого шару, рис. 4.3, показує збільшення маси шару за рахунок застосування зовнішнього рециклу в інтервалі $2,66 \leq \tau \leq 3,33$ з поступовою стабілізацією за рахунок збільшення вивантаження в інтервалі $3,66 \leq \tau \leq 5,33$.

Застосування зовнішнього рециклу дозволило стабілізувати загальну поверхню шару на рівні 14 м^2 , рисунок 4.3.

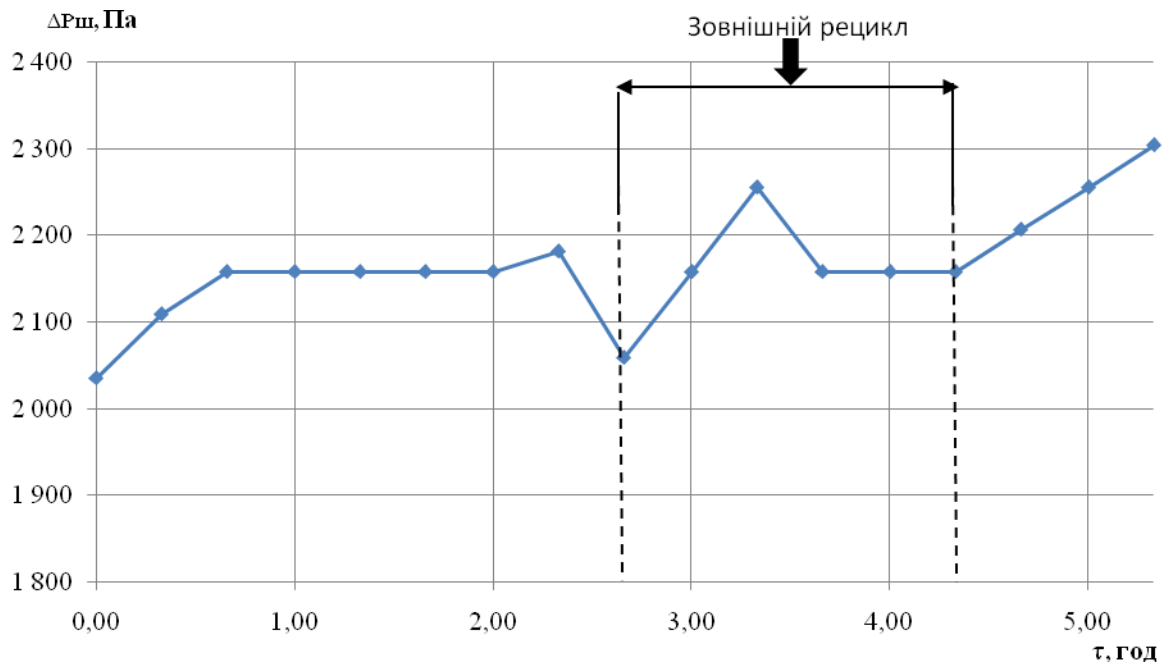


Рисунок 4.3 – Динаміка зміни гідравлічного опору псевдозрідженого шару

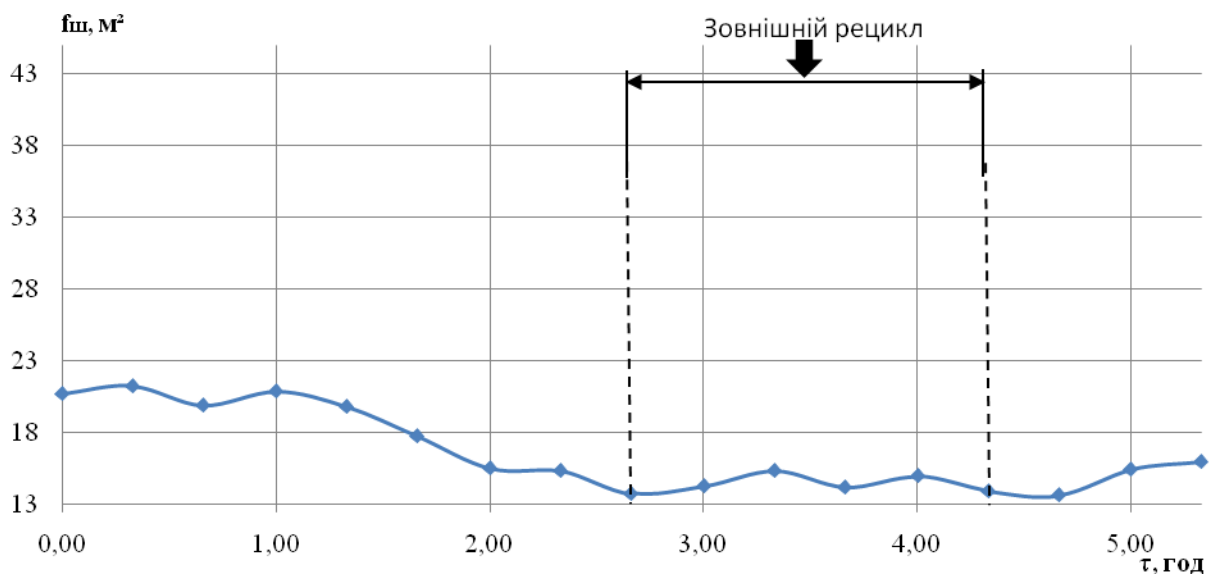


Рисунок 4.4 – Динаміка зміни поверхні псевдозрідженого шару

Температура псевдозрідженого шару, рисунок 4.5, в інтервалі часу $0 \leq \tau \leq 1,33$ год підтримувалась на рівні $90,5-91$ °С і сприяла монотонному зростанню D_e , рисунок 4.1. В подальшому при $1,66 \leq \tau \leq 1,4,00$ проводилась динамічна зміна $T_{ш}$ з метою збільшення інтенсивності подрібнення великих гранул – внутрішній рецикл.

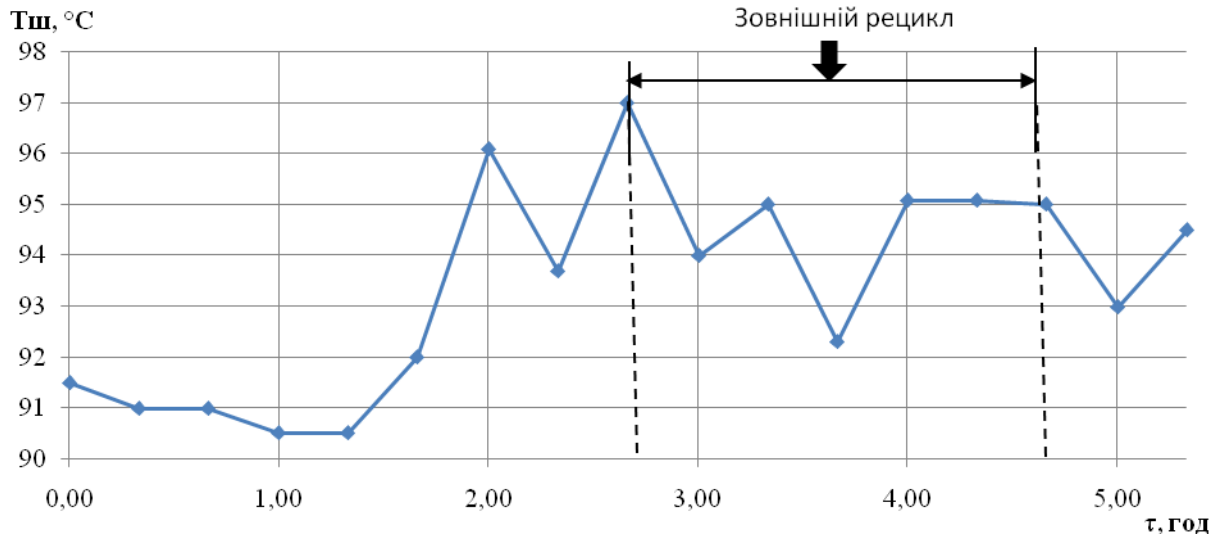


Рисунок 4.5 – Динаміка зміни температури псевдозрідженого шару в характеристичній точці

Вибрані технологічні параметри навіть при суттєвій зміні температури шару, рисунок 4.5, забезпечили коефіцієнт гранулоутворення $\psi \geq 90\%$ при $\tau \leq 2,33$ год рисунок 4.6, а при застосуванні рециклу $2,66 \leq \tau \leq 4,66$ год збільшити $\psi \geq 95\%$.

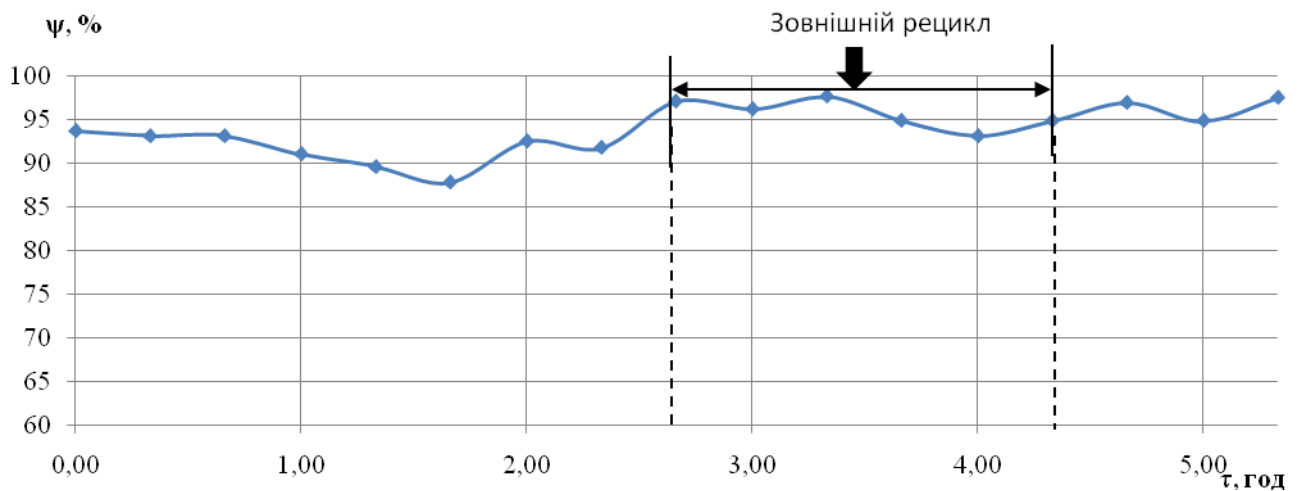


Рисунок 4.6 – Динаміка зміни коефіцієнта гранулоутворення

Динаміка зміни питомого навантаження поверхні шару за вологою a_f , рисунок 4.7, показує його зміну в межах 0,1–0,35 кг/(м²·год), в інтервалі часу $2,66 \leq \tau \leq 4,33$ год – застосування рециклу, питоме навантаження a_f було збільшено.

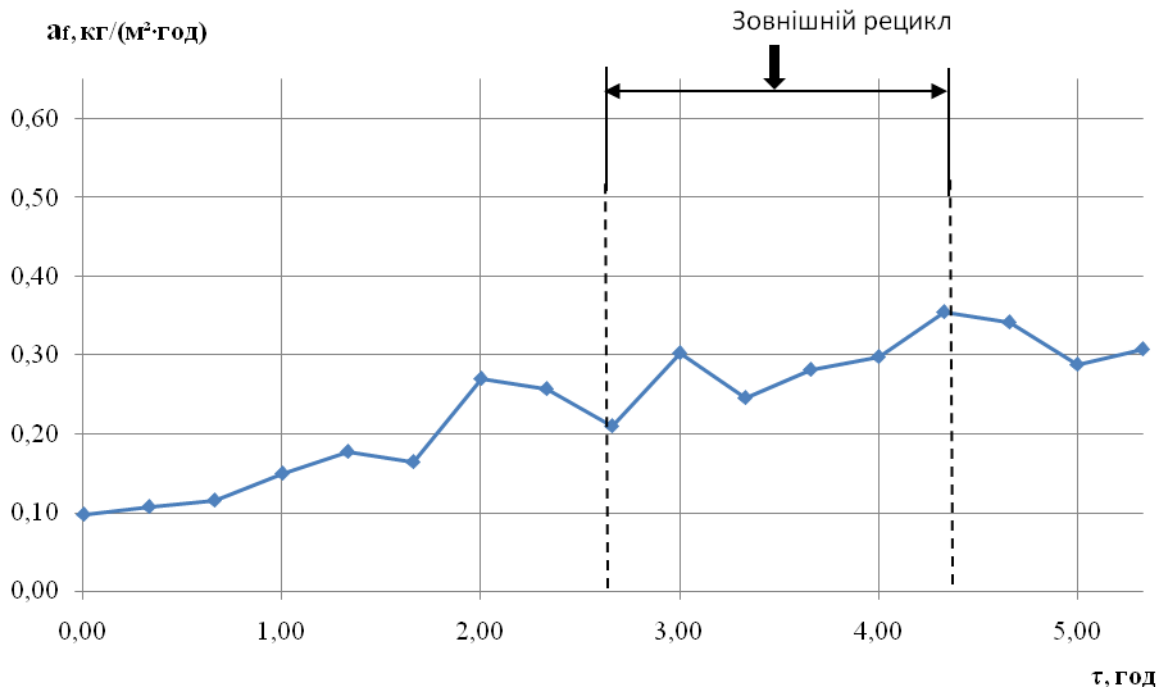


Рисунок 4.7 – Динаміка зміни питомого навантаження за вологою

Експериментальна залежність коефіцієнта гранулоутворення ψ від приведеної висоти шару $\frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e}$ наведена на рисунку 4.8. показує, що

$\psi = 93 \div 97\%$ досягається в діапазоні значень $85 \leq \frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e} \leq 105$.

Узагальнена експериментальна залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P}{gD_e}, K_w\right)$, рисунок 4.9, дозволяє прогнозувати область для найбільш ефективного проведення процесу утворення мінерально-гумінових добрив з рідких композитних систем. Так, при значенні $90 \leq \frac{\Delta P}{gD_e} \leq 110$ і числі псевдозрідження $1,4 \leq K_w \leq 1,6$ спостерігається досягнення значень коефіцієнту гранулоутворення $\psi > 95\%$.

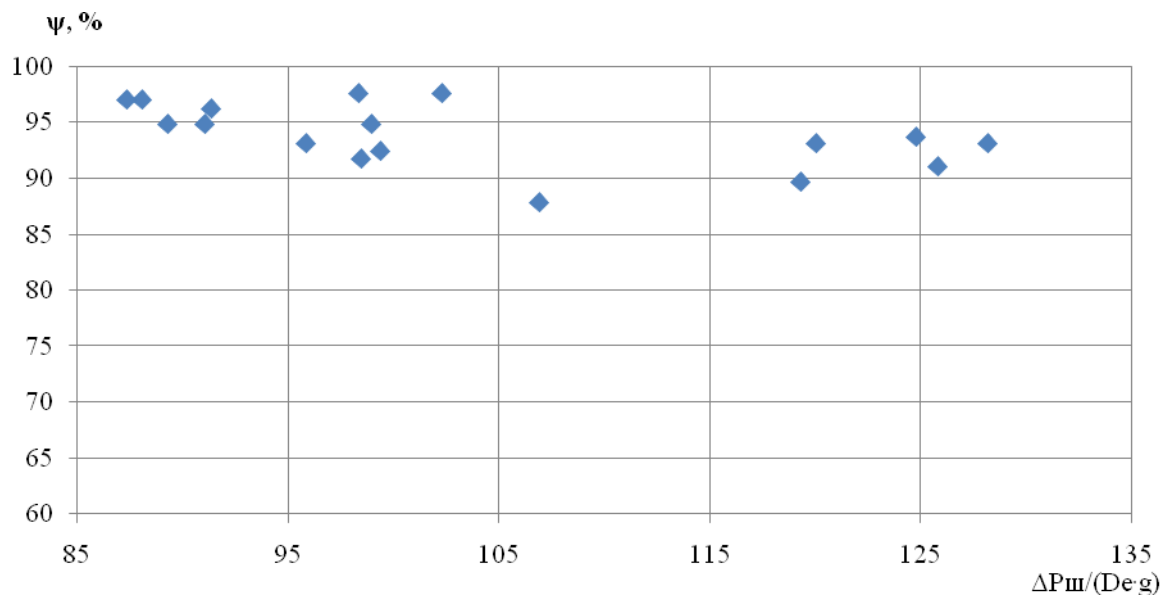


Рисунок 4.8 – Залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P_m}{gD_e}\right)$

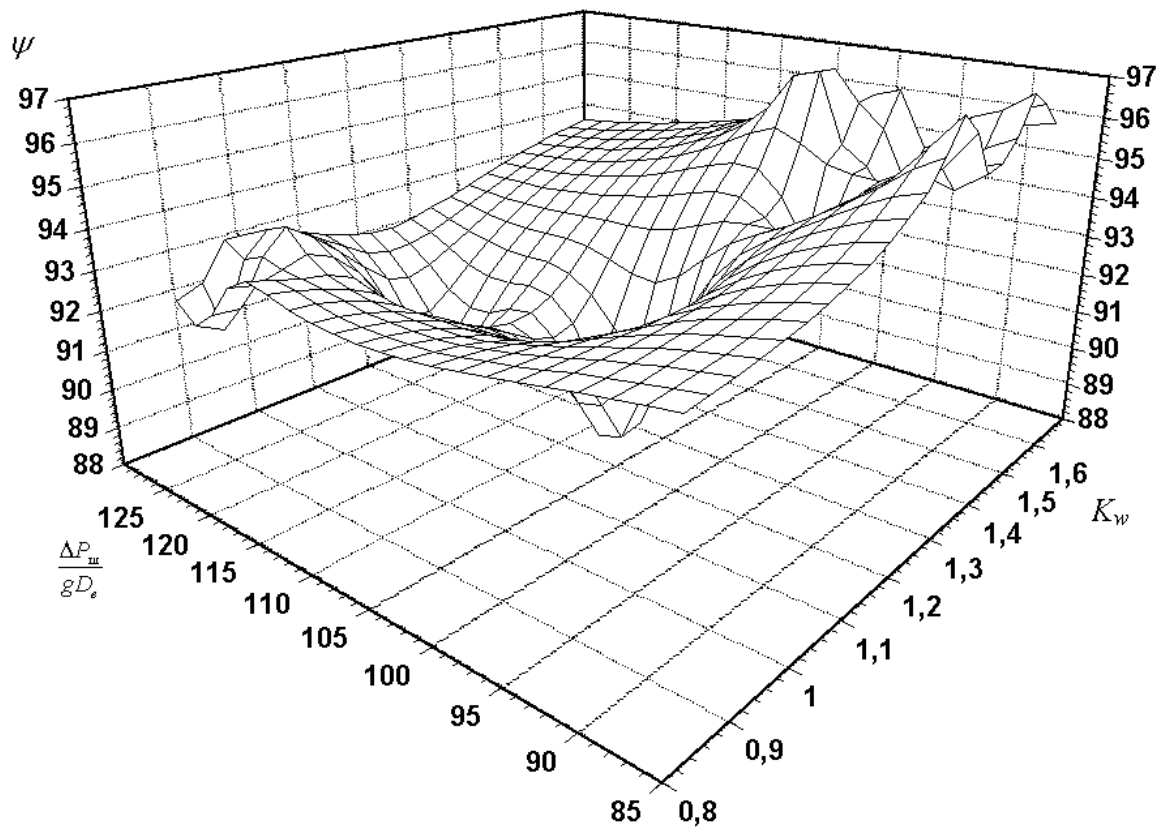


Рисунок 4.9 – Залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P_m}{gD_e}, K_w\right)$

Узагальнена оцінка ефективності процесу у вигляді динаміки зміни функції втрат якості та коефіцієнта гранулоутворення, рис. 4.10, показує значення L значно більші 1 в інтервалі $0 \leq \tau \leq 2,33$ год. Після 2,33 год ($D_e = 2,3$ мм) досягнуто $L < 1$, після чого отримано стабілізацію $L < 1$ при застосуванні зовнішнього рециклу – в інтервалі часу $2,66 \leq \tau \leq 4,33$ год. При цьому коефіцієнт гранулоутворення $\psi \geq 95\%$. Флуктуація функції втрат якості в точці $\tau = 4,66$ год пояснюється припиненням введення зовнішнього рециклу та неконтрольованим збільшенням еквівалентного діаметра.

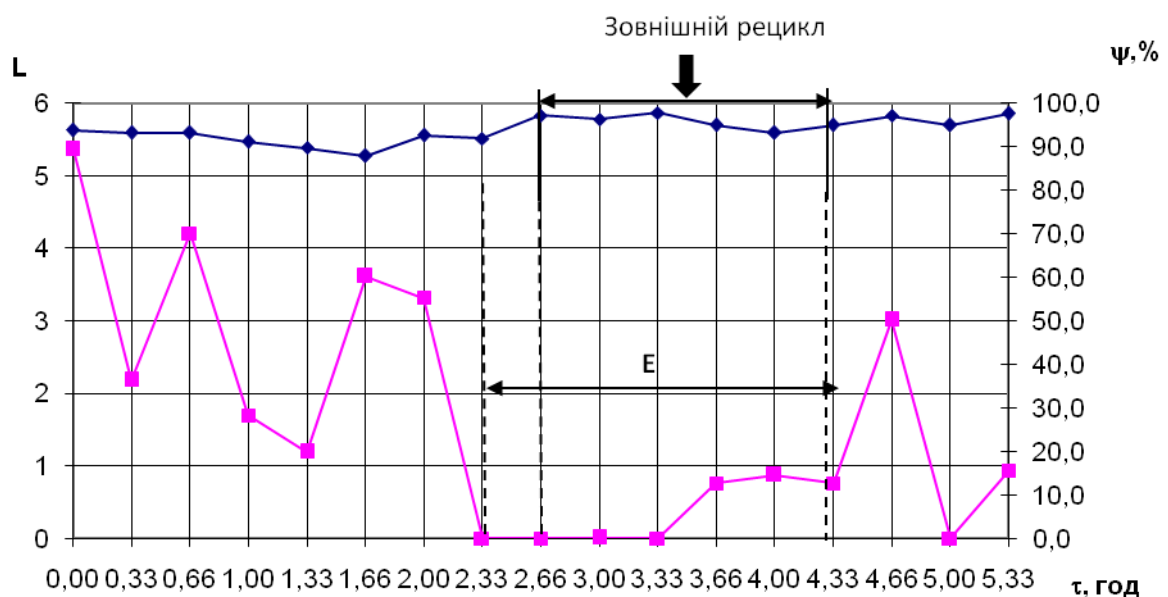


Рисунок 4.10 – Узагальнена оцінка ефективності процесу.

Розрахункові й отримані значення еквівалентного діаметра при застосуванні рециклу, рисунок 4.1, показують збіжність з середнім відхиленням 3,82% результатів й свідчать про адекватність математичної моделі.

Таким чином, проведені експериментальні дослідження кінетики процесів утворення азотно-гумінових добрив з використанням рециклу підтвердили положення фізичної і математичної моделей – стабілізацію еквівалентного діаметра на заданому рівні й отримання продукту заданого дисперсного складу при стабільному коефіцієнті гранулоутворення вище 90%.

4.1.2 Дослідження кінетики процесів утворення азотно-кальцієво-гумінових добрив з використанням рециклу

Метою експериментальних досліджень було перевірити положення фізичної і математичної моделей щодо стабілізації дисперсного складу в псевдозрідженому шарі при зневодненні композитних рідких систем.

Досліди проводилися на пілотній установці., п. 2.5. До насиченого водяного розчину сульфату амонію було додано задану кількість CaCO_3 та гумінових речовин, для того щоб вміст в гранульованому продукті в перерахунку на діючі речовини становив (масові відсотки) $\text{N}:\text{Ca}:\text{Г} = 15,0:12,0:1,0$. Температура теплоносія на вході в апарат становить 200°C , а у шарі – $93\pm 1,0^\circ\text{C}$.

Результати експериментальних досліджень наведені на рисунках 4.11 – 4.14 і в додатку Ж.

Динаміка зміни еквівалентного діаметра показує, що в інтервалі часу $0 \leq \tau \leq 3,00$ год цей параметр збільшується від 1,5 до 2,3 мм. При цьому середня швидкість росту $dD/d\tau = 0,267$ мм/год, рисунок 4.11. При досягненні значень в точці А, дисперсний склад гранул в шарі повністю відповідав дисперсному складу готового продукту і тому доцільно було його стабілізувати.

Тому, при $\tau \geq 3,33$ год подавали зовнішній рецикл, розрахований за п. 2.2 з продуктивністю 1,35 кг/год з інтервалом 20 хвилин, рисунок 4.11. Внаслідок цього вдалося стабілізувати дисперсний склад частинок в псевдозрідженому шарі.

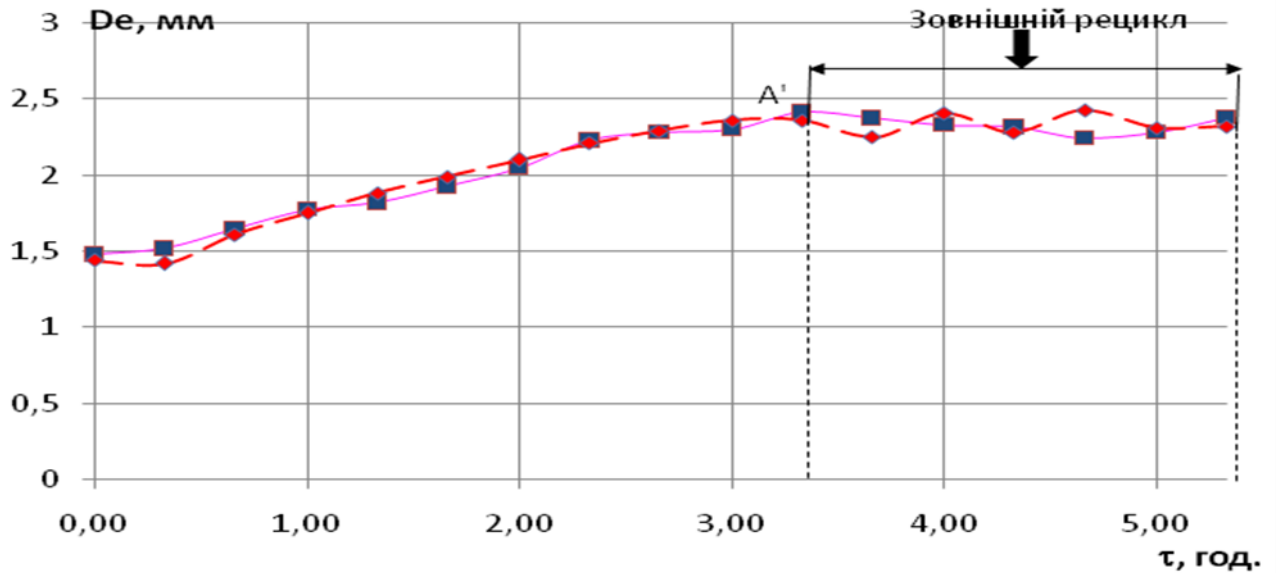
Динаміка зміни масових відсотків окремих фракцій, рисунок 4.12 в інтервалі часу $0 \leq \tau \leq 3,00$ год показує послідовність переходу частинок з фракції +1,00 мм до фракції +2,00 мм і, відповідно, до фракції +3,00 мм.

Це підтверджує пошаровий механізм утворення гранул, рисунок 4.12.

Після введення зовнішнього рециклу, $\tau \geq 3,33$ год, рисунок 4.12, відбувалося зростання масового відсотку фракції +1,00 мм з 8 до 25%, при одночасному зменшенні масового відсотку фракції +2,00 мм з 75 до 35%.

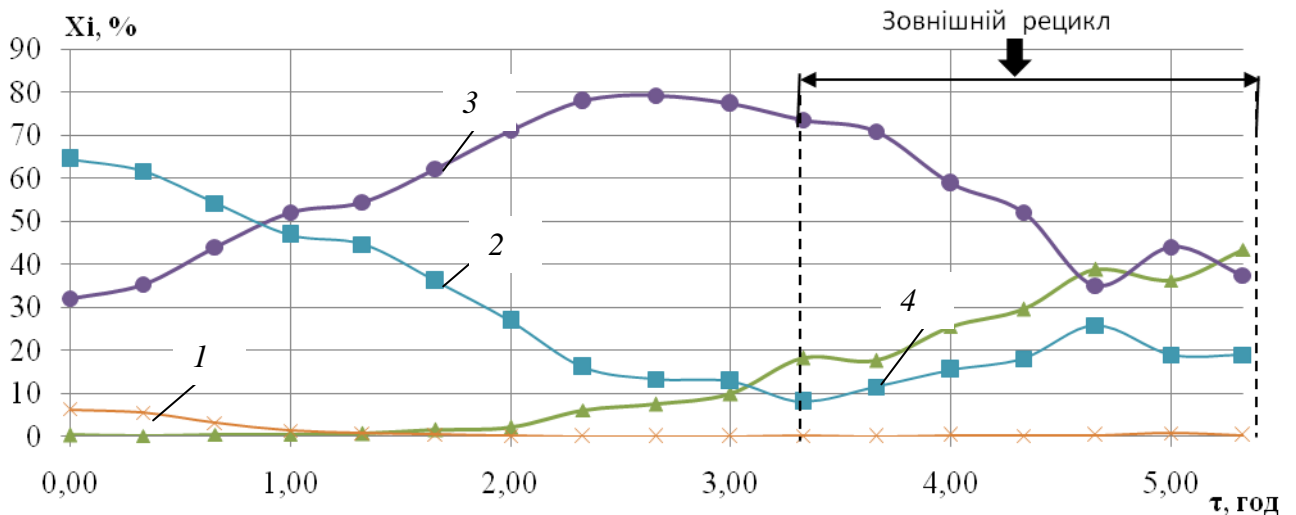
В цьому інтервалі часу масовий відсоток фракцій +3,0 мм збільшився від 17,5 до 40%, рисунок 4.12.

В подальшому, при $\tau \geq 4,66$ год, чітко зафіксована стабілізація дисперсного складу гранул.



1 – розрахункова; 2 – дослідна

Рисунок 4.11 – Динаміка зміни еквівалентного діаметра



1 – фракція +0,5 мм; 2 – фракція +1,0 мм; 3 – фракція +2,0 мм; 4 – фракція +3,0 мм

Рисунок 4.12 – Динаміка зміни окремих масових відсотків

Така стабілізація при одержанні добрив досягнута внаслідок збереження сталості маси шару при подачі зовнішнього рециклу. Тобто в цей період

продуктивність вивантаження продукту зросла на величину продуктивності зовнішнього рециклу, рисунок 4.13.

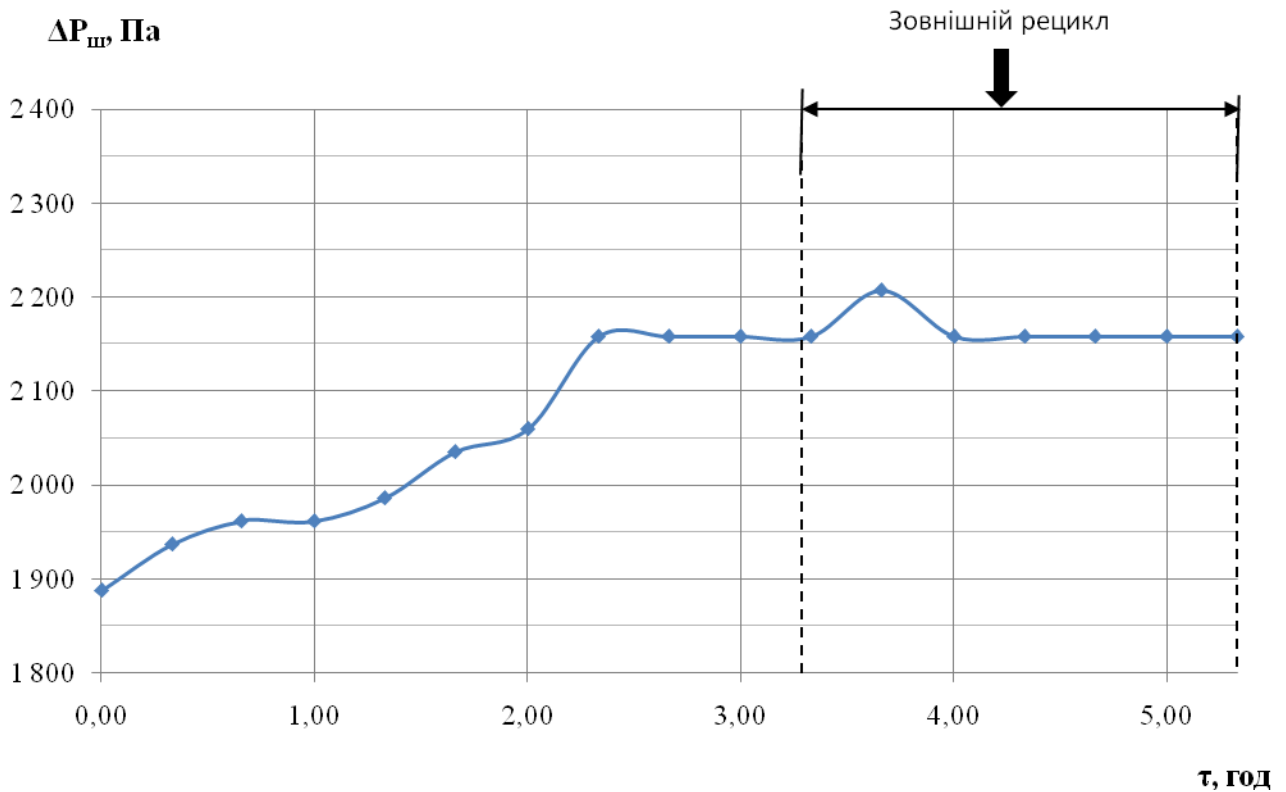


Рисунок 4.13 – Динаміка зміни гідравлічного опору псевдозрідженого шару

Динаміка зміни загальної поверхні частинок у псевдозрідженому шарі, рисунок 4.14, показує характерне монотонне зменшення цього параметра в інтервалі часу $0 \leq \tau \leq 3,00$ год від 22 до $14,2 \text{ м}^2$, рисунок 4.14. При цьому збільшення маси шару від $\Delta P_{\text{ш}}=1900$ Па до 2150 Па, рисунок 4.13, по суті мало вплинуло на загальну тенденцію зміни поверхні.

При подачі зовнішнього рециклу загальну поверхню вдалося стабілізувати в межах $14\text{--}15,5 \text{ м}^2$.

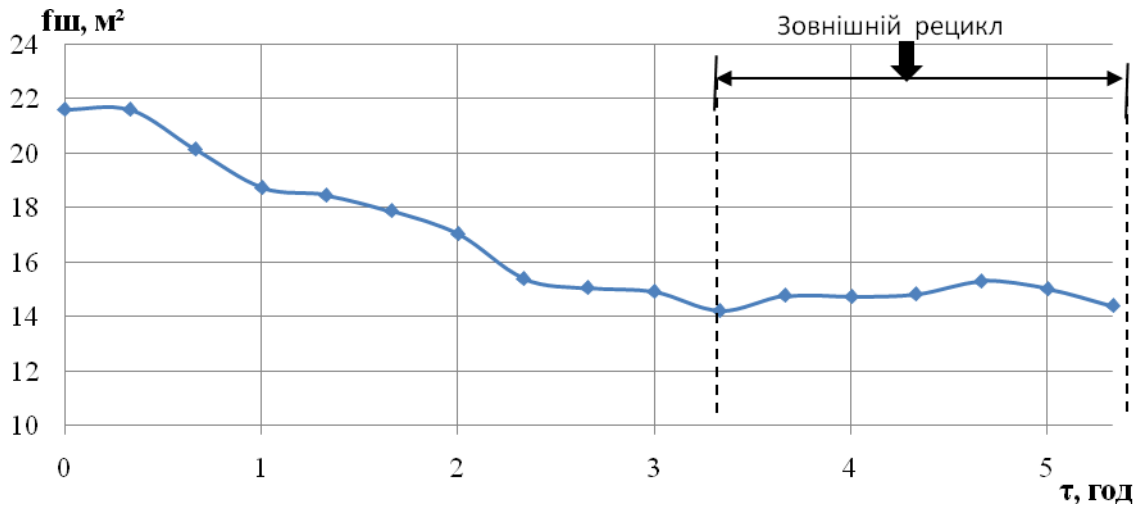


Рисунок 4.14 – Динаміка зміни поверхні псевдозрідженого шару

Зміна температури у псевдозрідженому шарі впродовж дослідів наведена на рисунку 4.15.

В інтервалі часу $0 \leq \tau \leq 1,33$ год температура фактично підтримувалась на рівні $92 \pm 0,5$ °С, що забезпечило стійку кінетику гранулоутворення, виражену у збільшенні еквівалентного діаметра, рисунок 4.11.

Починаючи з $\tau=1,66$ год, температура шару збільшилась до 94 °С з наступним зниженням до 91 °С для ініціювання подрібнення частини гранул – внутрішній рецикл.

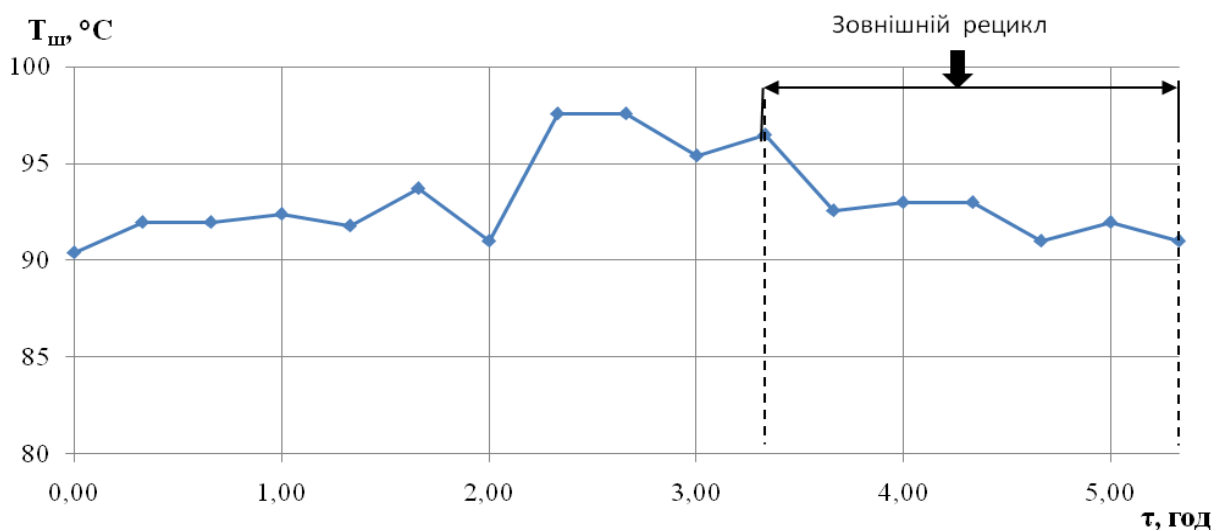


Рисунок 4.15 – Динаміка зміни температури псевдозрідженого шару в характеристичній точці

Проте очікуваних результатів не було, при $\tau=2,33$ год, рисунок 4.15, температуру шару збільшено до $98\text{ }^{\circ}\text{C}$, $D_e=2,25$ мм, рисунок 4.11, і продовжено зниження до $T_{\text{ш}}=92\text{ }^{\circ}\text{C}$ до часу $\tau=3,66$ год, рисунок 4.15, з подальшою стабілізацією.

Саме за дисперсним складом при $\tau=3,00$ год було розраховано потужність функції нових центрів грануляції та визначено реальну потужність для цих умов зовнішнього рециклу.

Стійкість кінетики процесу утворення азотно-кальцієво-гумінових добрив можна оцінити через зміну коефіцієнта гранулоутворення $\psi=f(\tau)$, рисунок 4.16.

По суті, деяке зниження цього параметра з 95% до 91% є незначним і знаходиться в межах похибки експерименту.

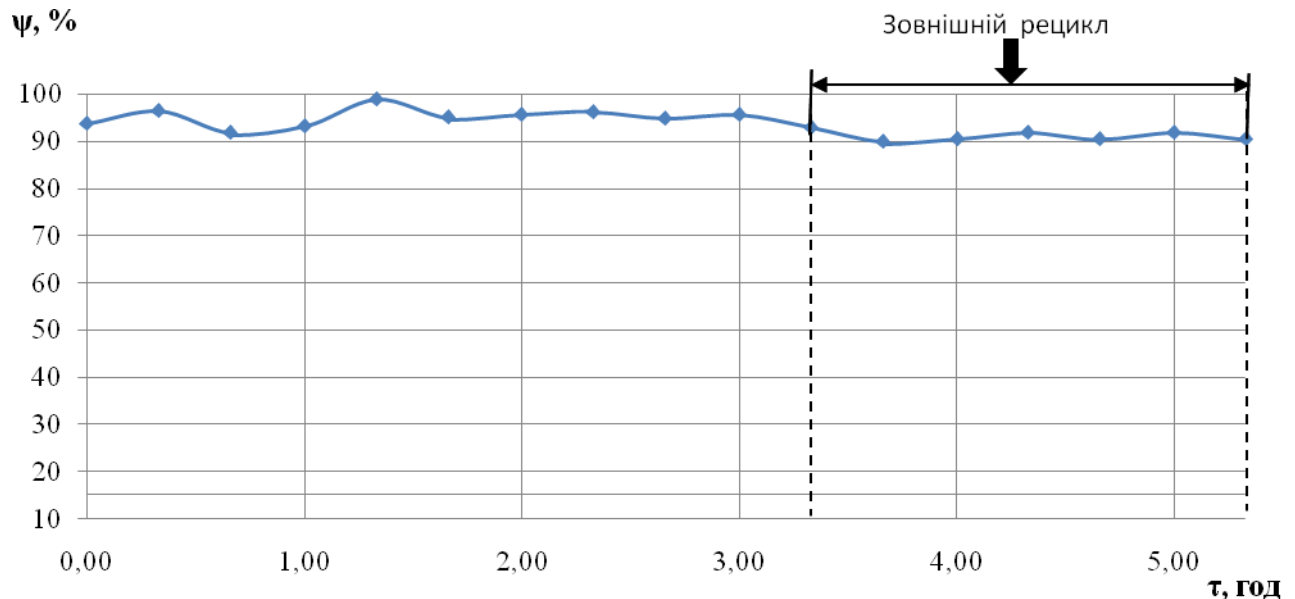


Рисунок 4.16 – Динаміка зміни коефіцієнта гранулоутворення

Динаміка зміни питомого навантаження поверхні шару за вологою a_f , рисунок 4.17, показує його збільшення від межах $0,29\text{--}0,42$ $\text{кг}/(\text{м}^2\cdot\text{год})$, в інтервалі часу $0 \leq \tau \leq 3,66$ год, зі стабілізацією при застосування рециклу.

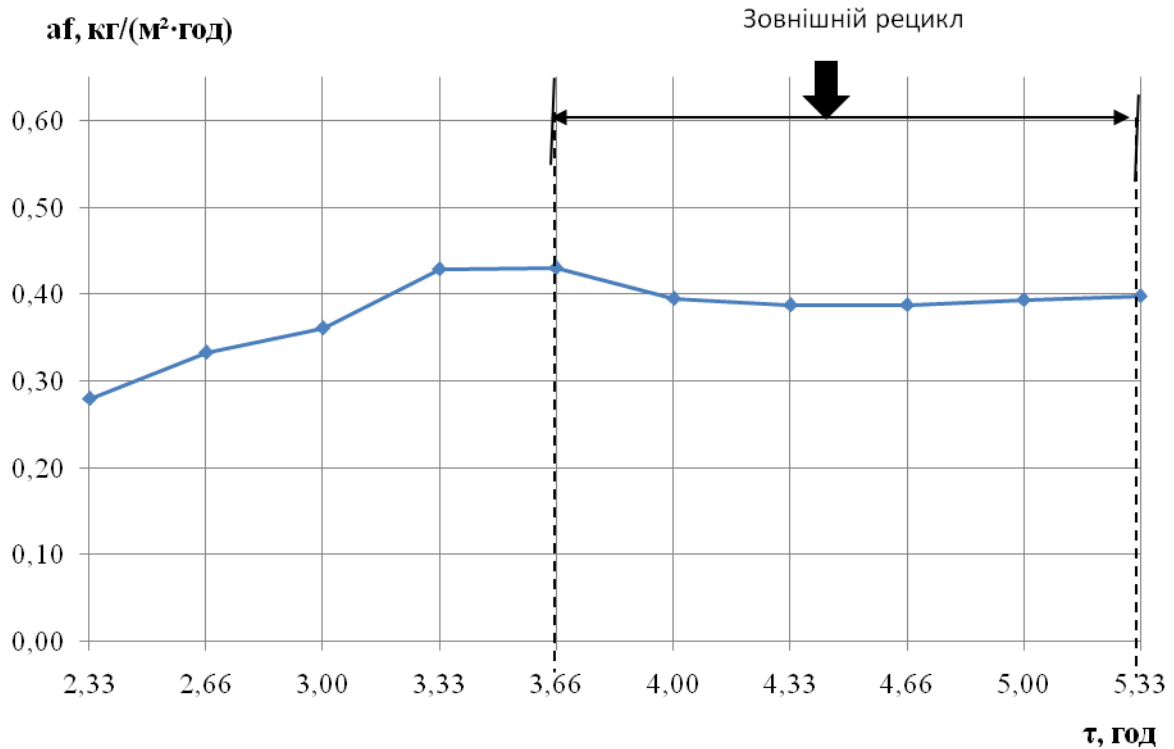


Рисунок 4.17 – Динаміка зміни питомого навантаження за вологою

Експериментальна залежність коефіцієнта гранулоутворення ψ від приведеної висоти шару $\frac{\Delta P_{ш}}{gD_e}$ наведена на рисунку 4.18, показує, що

$\psi = 93 \div 97\%$ досягається в діапазоні значень $85 \leq \frac{\Delta P_{ш}}{gD_e} \leq 105$ [112].

Узагальнена експериментальна залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P}{gD_e}, K_w\right)$, рисунок 4.19,

дозволяє прогнозувати область для найбільш ефективного проведення процесу утворення мінерально-гумінових добрив з рідких композитних систем. Так, при значенні $90 \leq \frac{\Delta P}{gD_e} \leq 110$ і числі псевдозрідження $1.4 \leq K_w \leq 1.6$ спостерігається

досягнення значень коефіцієнту гранулоутворення $\psi > 95\%$.

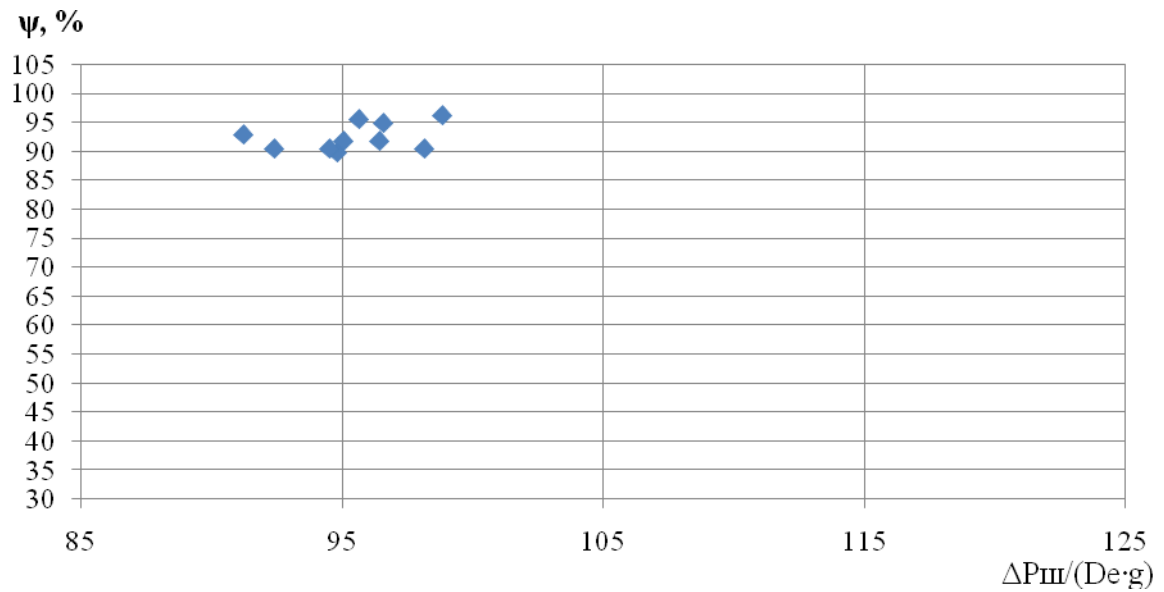


Рисунок 4.18 – Експериментальна залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P_{III}}{gD_e}\right)$

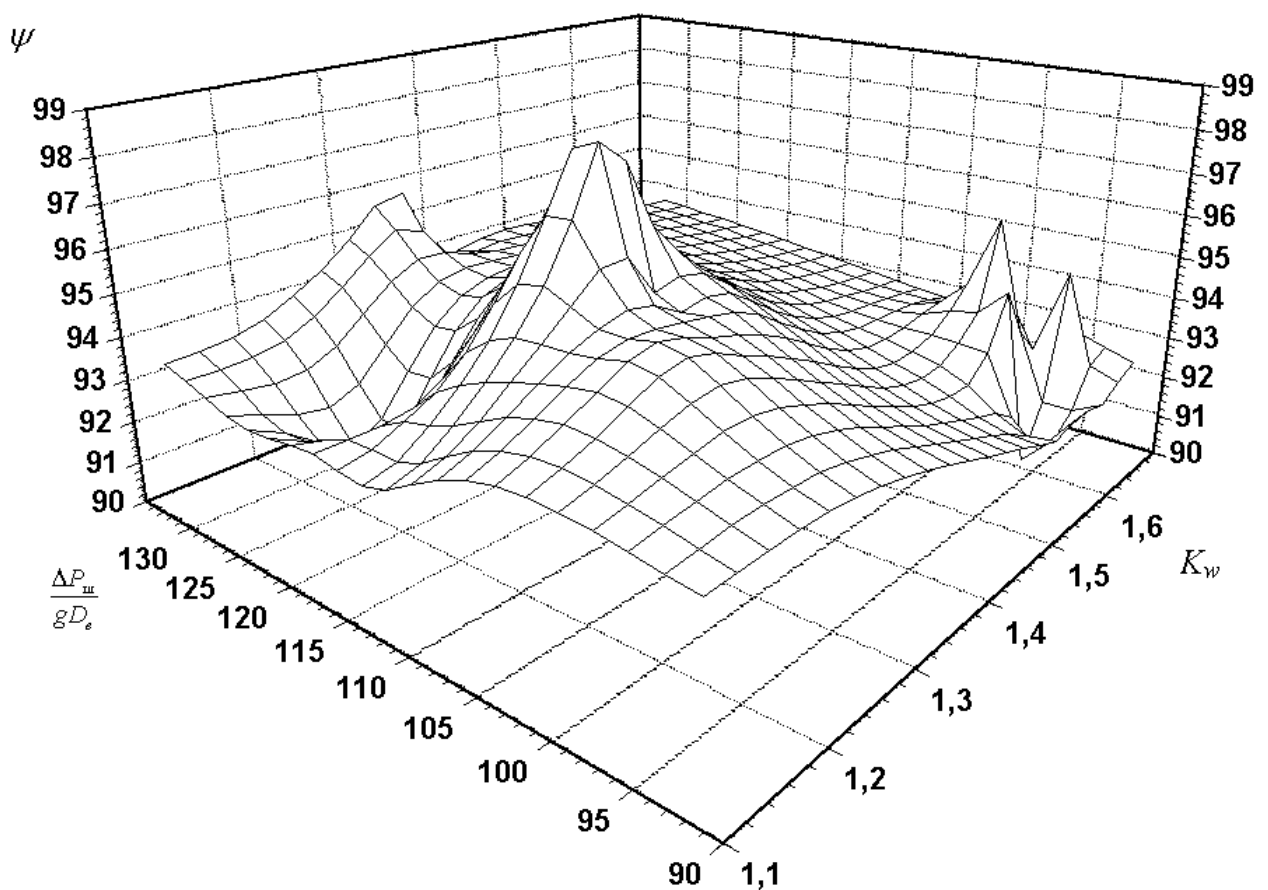


Рисунок 4.19 – Експериментальна залежність $\psi = f\left(\frac{\Delta P_{III}}{gD_e}, K_w\right)$

Комплексна оцінка ефективності процесу наведена на рисунку 4.20. Якщо коефіцієнт гранулоутворення у всьому досліді знаходився $\psi > 90\%$, то функція втрат якості досягає бажаних значень $L \rightarrow 0$ тільки при $\tau > 2,33$ год.

Це пояснюється тим, що в інтервалі часу $0 \leq \tau \leq 2,33$ год відбувається збільшення D_e від 1,5 до 2,28 мм, рисунок 4.11.

Введення зовнішнього рециклу дозволило забезпечити заданий дисперсний склад гранульованого продукту.

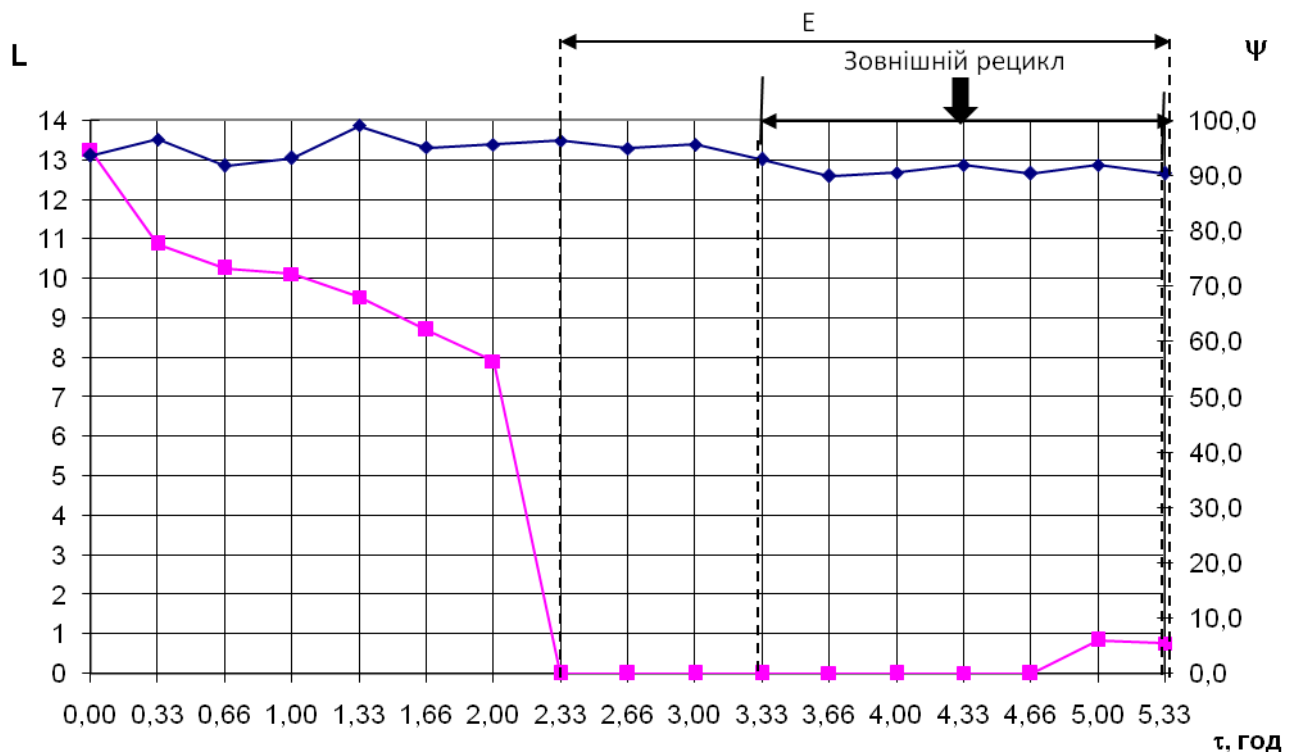


Рисунок 4.20 – Динаміка зміни функції втрат якості

Таким чином, проведені експериментальні дослідження процесу утворення азотно-кальцієво-гумінових добрив підтвердили адекватність фізичної і математичної моделей утворення композитів з пошаровою структурою при стійкій кінетиці гранулоутворення $\psi > 90\%$. При цьому розрахунок потужності джерела нових центрів грануляції дозволив стабілізувати дисперсний склад гранульованого продукту.

Запропонована комплексна оцінка ефективності процесу дозволяє визначити умови доцільності проведення процесу [113,114].

4.1.3 Дослідження кінетики процесів утворення азотно-кальцієвих добрив з реальних розчинів виробництва

Метою експериментальних досліджень була перевірка адекватності математичної моделі безперервного процесу гранулоутворення із стабілізацією дисперсного складу при зневодненні композитних розчинів, одержаних на основі реальних розчинів сульфату амонію виробництва капролактаму ПАТ «Азот» м. Черкаси.

Досліди проводились на пілотній установці, п. 2.5. В якості вихідної рідкої фази використовується водяний розчин сульфату амонію, з домішками карбонату кальцію. В перерахунку на діючу речовину гранульований продукт містив (масові відсотки): кальцію – 7,5, азоту – 18,5. Композитний розчин вводився спеціальним диспергатором дискового типу в середину псевдозрідженого шару. Досліди проводились п'ятьма серіями з сумарним часом проведення – 16 годин. Перша серія: 2 год, друга – 2 год 20 хв, третя серія – 4 год, четверта – 5 год 40 хв та п'ята серія – 2 год. Починаючи з другої серії було введено додатково кількість кальцію, послідовно збільшуючи його кількість на 5% відповідно і доведення до 75%.

Результати експериментальних досліджень кінетики гранулоутворення комплексних азотно-кальцієвих добрив наведені на рисунках 4.21–4.32 та в додатку И.

Динаміка еквівалентного діаметра, рисунок 4.21 показує його монотонне зростання. Так, в першій серії отримано зростання діаметра D_e від 1,92 мм до 2,49 мм, градієнт росту $dD_e/d\tau=0,28$ мм/год; в другій серії – від 1,83 мм до 2,17 мм, градієнт росту $dD_e/d\tau=0,15$ мм/год. В третій серії експерименту, починаючи з $\bar{\tau}=0,33$ було застосовано зовнішній рецикл, розрахований за рівнянням (2.15), в результаті при $0,33 \leq \bar{\tau} \leq 0,52$ досягнуто стабілізацію $D_e=2,3 \pm 0,1$ мм.

Застосування зовнішнього рециклу в четвертій серії експерименту при значеннях $D_e=2,5$ мм дозволило стабілізувати еквівалентний діаметр на рівні $2,5 \pm 0,1$ мм.

Характер зміни масових відсотків окремих фракцій, рис. 4.22, підтверджує пошарову модель утворення гранул.

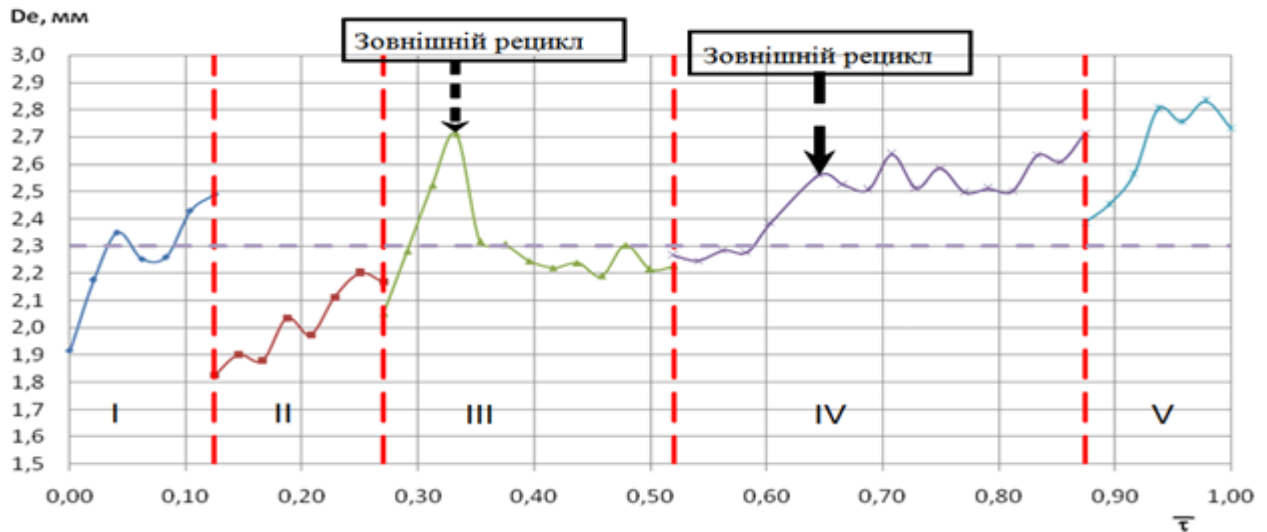
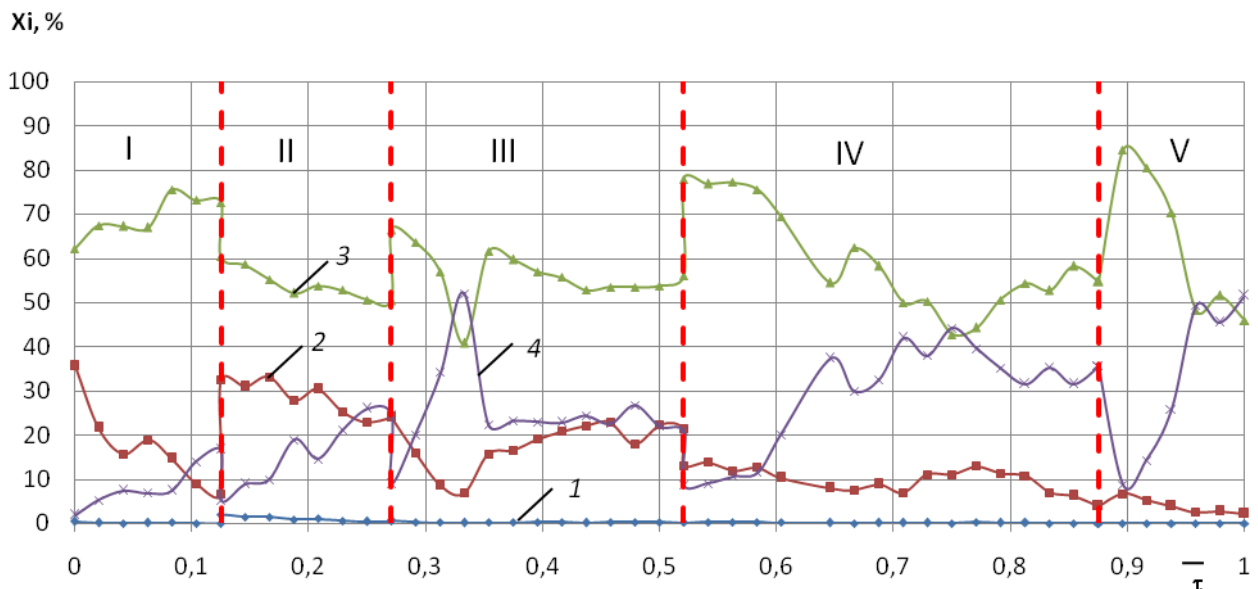


Рисунок 4.21 – Динаміка зміни еквівалентного діаметра гранул

При $\bar{\tau} = 0,32$ еквівалентний діаметр частинок в шарі $D_e = 2,7$ мм, точка А, рисунок 4.21. За рахунок збільшення масового відсотка фракції +2,0 мм та +3,0 мм при різкому зменшенні фракції +1,0 мм з 35 до 18%, рис. 4.16.



1 – фракція +0,5 мм; 2 – фракція +1,0 мм; 3 – фракція +2,0 мм; 4 – фракція +3,0 мм

Рисунок 4.22 – Динаміка зміни масових відсотків окремих фракцій

Для стабілізації дисперсного складу із значеннями $D_e=2,7$ мм в точці А, проведено апроксимацію масового розподілення частинок впродовж I та II серій експерименту.

Встановлено, що вони з вірогідністю 0,93–0,95 описуються гамма-розподіленням, рисунок 4.23.

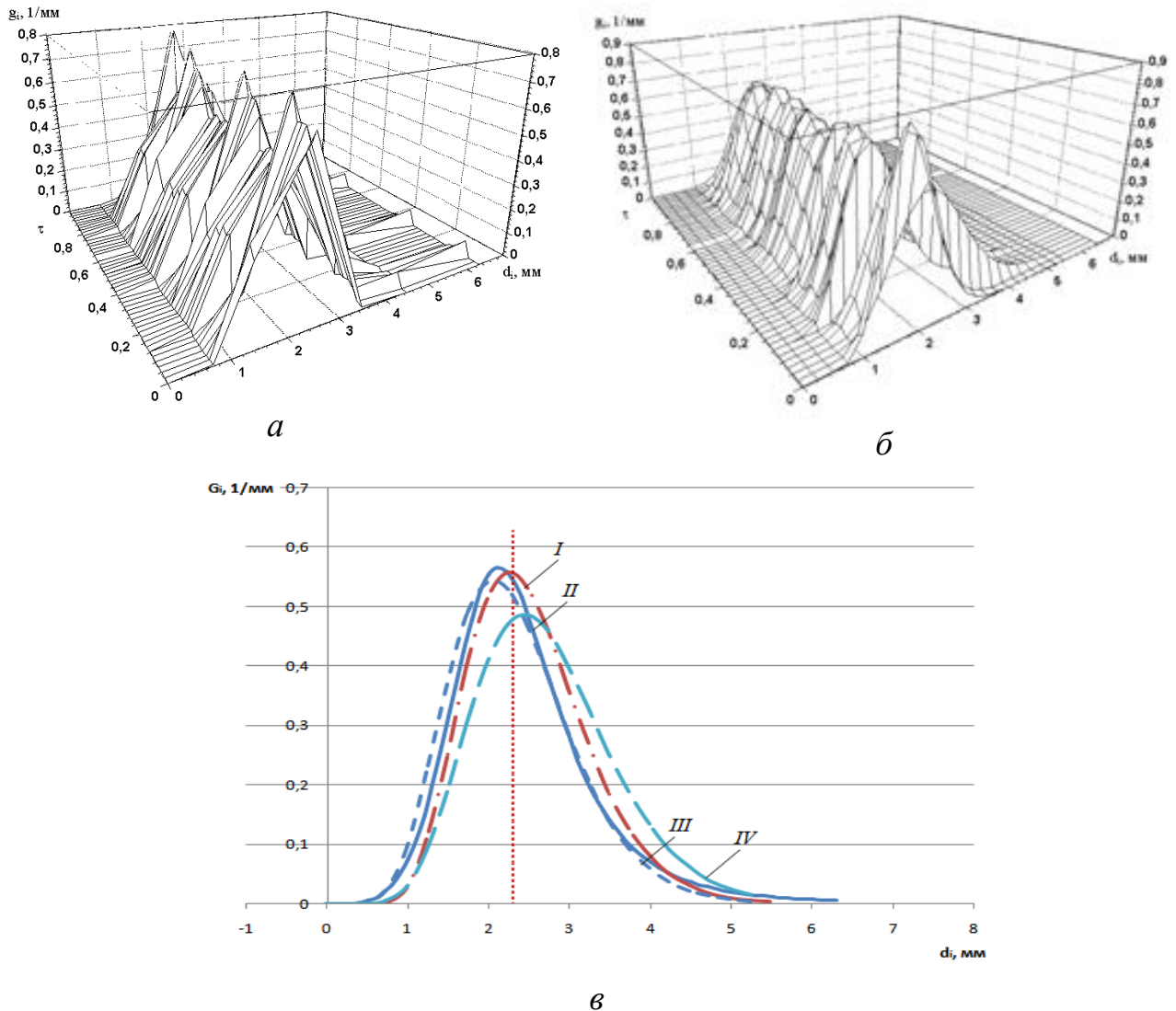
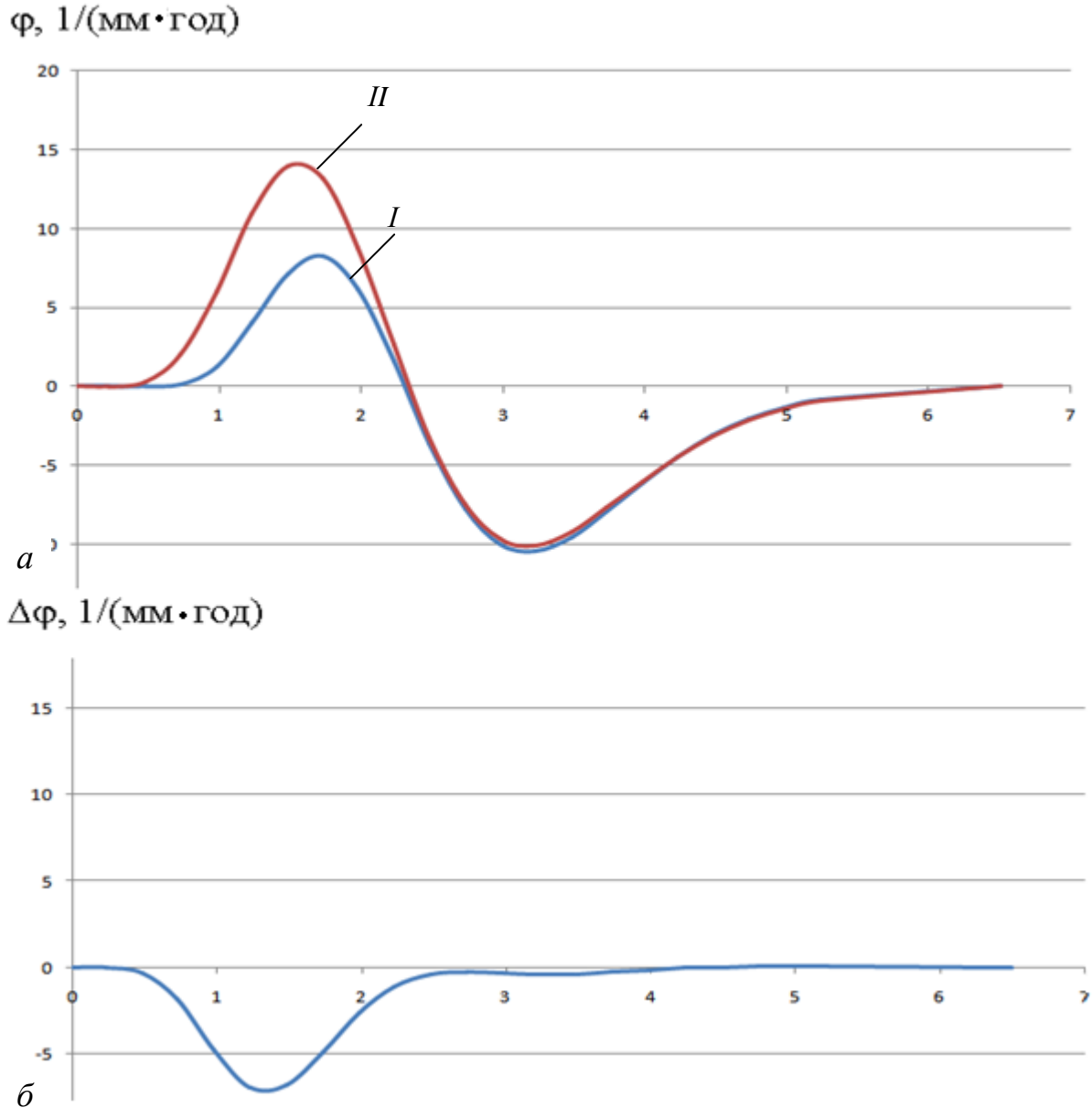


Рис. 4.23 – Результати експериментальних досліджень при одержанні азотно-кальцієвих твердих композитів *а* динаміка масових розподілів гранул; *б* апроксимація динаміки масових розподілів; *в* порівняння експериментального та розрахункового масових розподілів із заданим розподіленням готового продукту, *I* – експериментальний, *II* – розрахунковий, *III* – заданий при $D_e=2,3$ мм, *IV* – масове розподілення в т. А $D_e=2,7$ мм.

Відповідно, розрахунок еквівалентного діаметра буде виражений як $D_i=f(n_i/z_i)$. Для точки А $D_e=2,7$ мм для бажаних значень $D_e=2,3$ мм розраховано реальну функцію потужності нових центрів грануляції, рисунок 4.24 а – I, та розрахункову рисунок 4.124 а – II.



а – функції джерела і стоку експериментальна I та розрахункова II

б – компенсаційна функція $\Delta\varphi = f(d)$ (зовнішній рецикл)

Рисунок 4.24 – Розрахунок потужності зовнішнього рециклу азотно-кальцієвих добрив

На рисунку 4.24 б розраховано масове розподілення нових центрів грануляції в діапазоні значень $0,6 \leq d \leq 2,0$ мм з урахуванням кінетики процесу та інтенсивність виведення з апарату за рахунок готового продукту частинок розміром $2,0 \leq d \leq 4,5$ мм, рисунок 4.24. Застосування такого рецепту при продуктивності завантаження $0,2$ кг/ 20 хв дозволило знизити D_e з $2,7$ до $2,33$ – $2,22$ мм, рисунок 4.21, за рахунок збільшення масових відсотків фракцій $+1,0$ мм з 10 до 30% , рисунок 4.22.

Аналогічна методика застосовувалась і в IV серії дослідів, $0,52 \leq \bar{\tau} \leq 0,8$ рисунок 4.21.

Температура псевдозрідженого шару змінювалась в межах $T_{ш}=86$ – 92 °С при вхідній температурі $T_{вх}=200$ °С., рисунок 4.19 з метою активізації процесу подрібнення гранул фракції $+3,0$ мм.

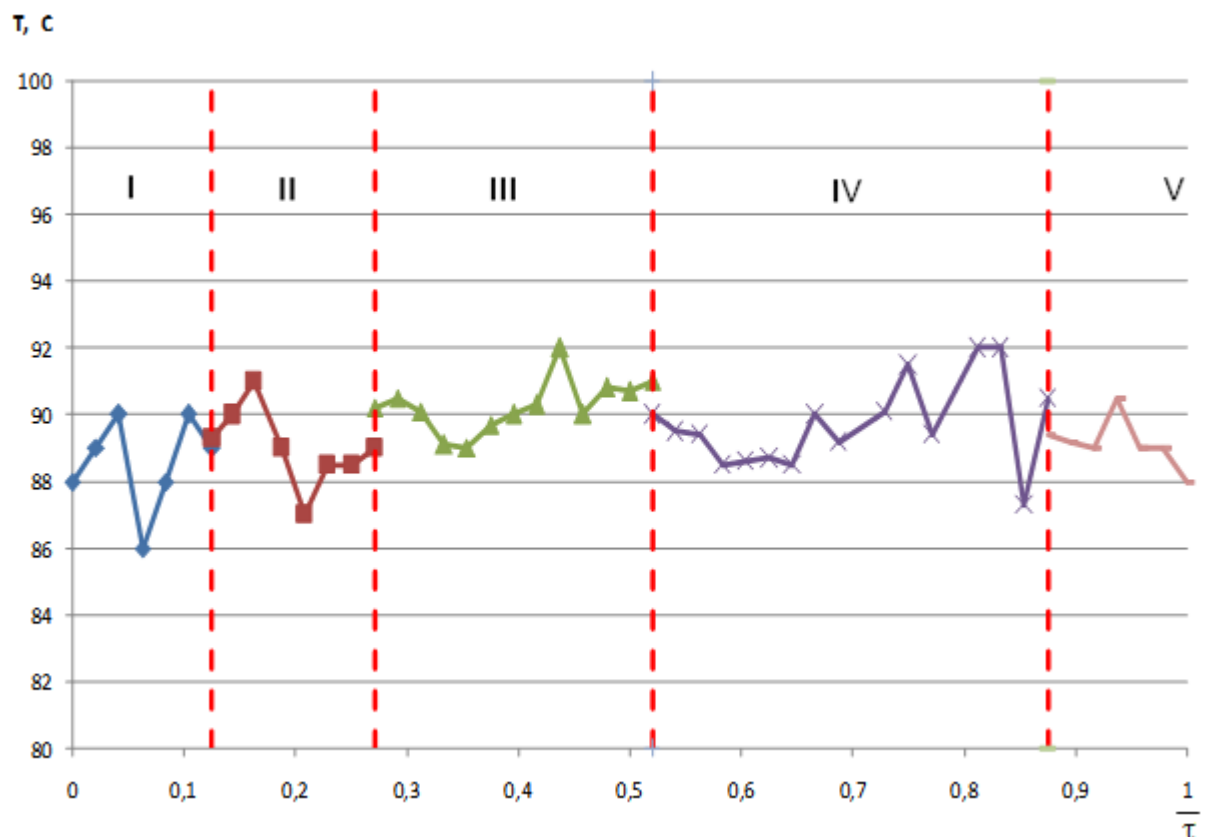


Рисунок 4.25 – Динаміка температури псевдозрідженого шару в апараті

Зміна загальної поверхні частинок у псевдозрідженому шарі, рисунок 4.26, характерна при підтриманні стійкої маси шару, застосування

зовнішнього рециклу зумовило збільшення поверхні або стабілізацію цього параметра, рисунок 4.27.

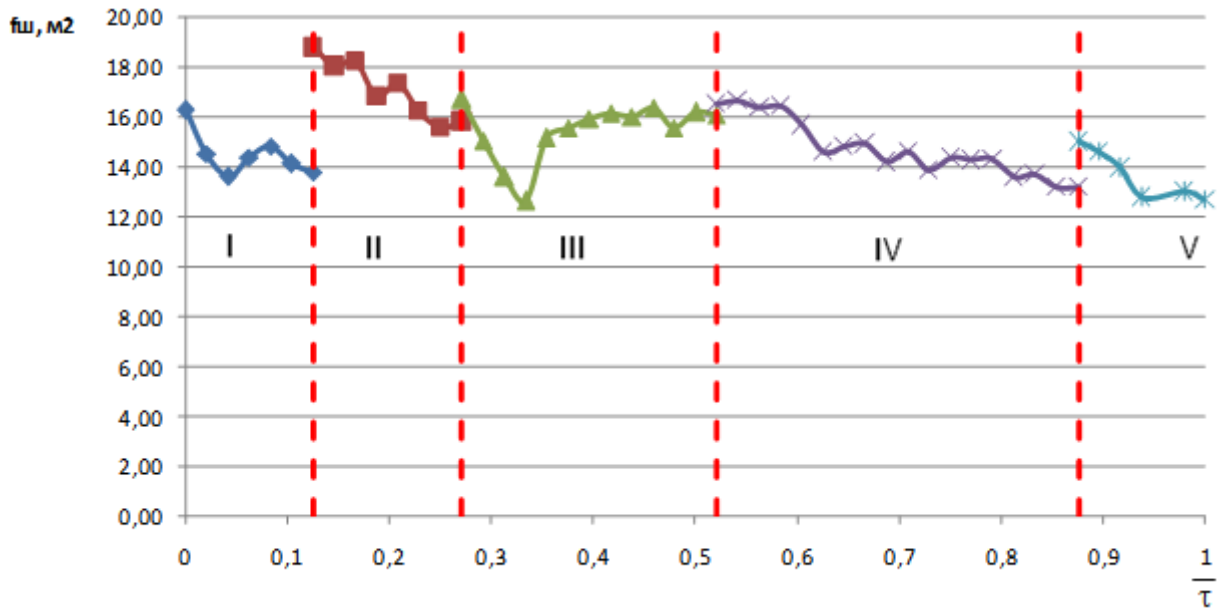


Рисунок 4.26 – Динаміка зміни поверхні псевдозрідженого шару

До параметрів, що характеризують інтенсивність масообміну, відноситься питоме навантаження поверхні частинок у псевдозрідженому шарі за вологою a_f (кг вологи/ м²год), рисунок 4.27.

Характер зміни $a_f = f(\bar{\tau})$, рисунок 4.27, адекватний зміні еквівалентного діаметра і визначається величиною швидкості теплоносія. Середнє значення цього параметра знаходиться в межах $a_f=0,3$ кг вологи/(м²год), при середній температурі теплоносія $T_{вх} - T_{ш} = 110 \pm 5$ °С.

Динаміка зміни коефіцієнта гранулоутворення, рисунок 4.21, свідчить про те, що зниження температури шару до 86 °С, рисунок 4.15, негативно впливає на кінетику гранулоутворення $60 \leq \psi \leq 75\%$, рисунок 4.28.

Підвищення температури шару до 90–92 °С дозволило підвищити $\psi \geq 97\%$, рисунок 28. Це також свідчить, що таке співвідношення температури шару дозволяє реалізувати процес зневоднення в першому періоді сушіння.

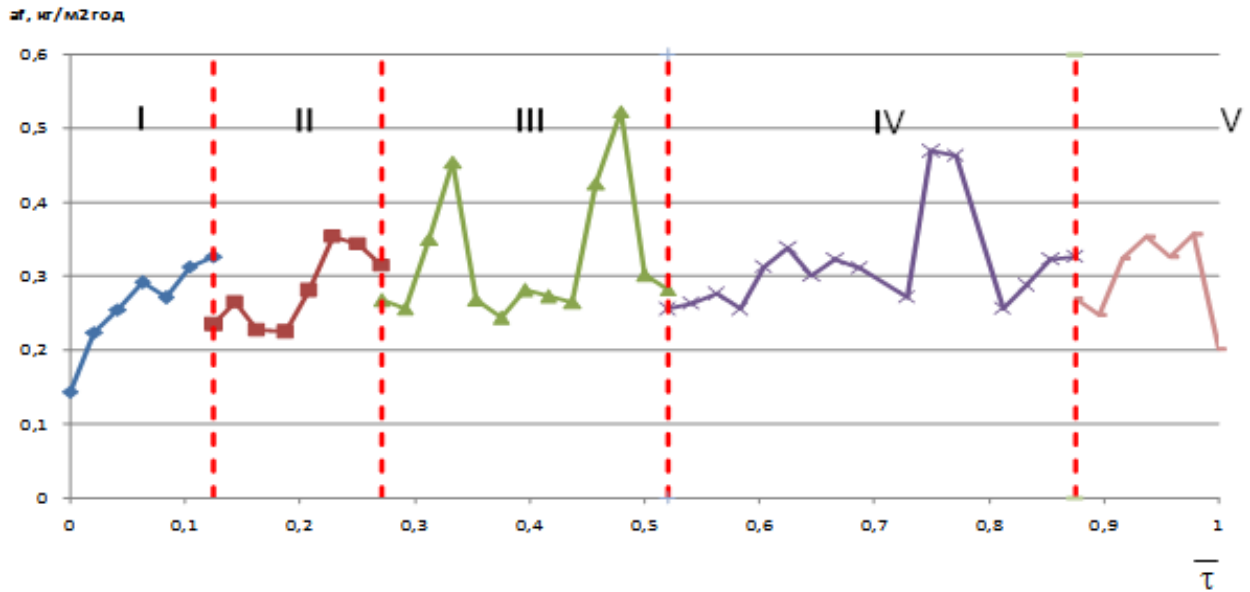


Рисунок 4.27 – Динаміка навантаження поверхні за вологою.

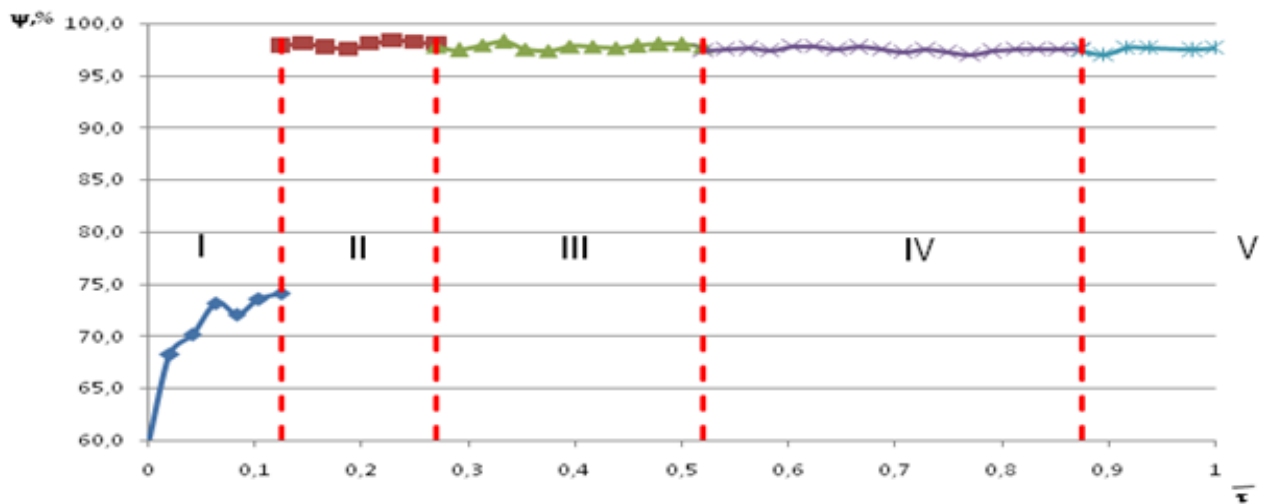


Рисунок 4.28 – Динаміка зміни коефіцієнта гранулоутворення.

Залежність коефіцієнта гранулоутворення від комплексу $\frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e}$,
 рисунок 4.29, показує найбільшу ефективність при $80 \leq \frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e} \leq 105$. Саме ці
 значення можуть бути корисними при розрахунку промислового обладнання
 для одержання азотно-кальцієвих композитів.

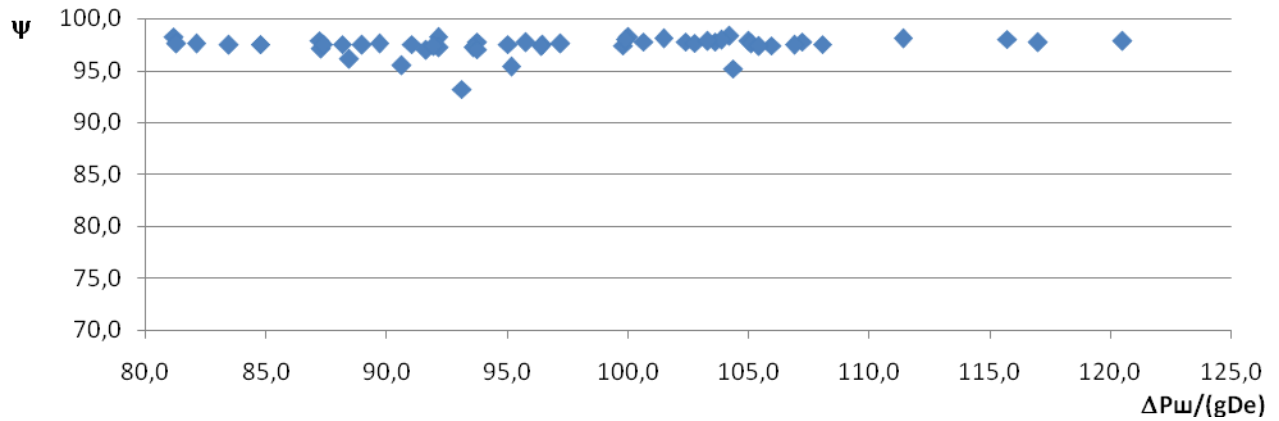


Рисунок 4.29 – Залежність коефіцієнта гранулоутворення від комплексу $\frac{\Delta P_{ш}}{gD_e}$

Узагальнена залежність $\psi = f\left(K_w, \frac{\Delta P_{ш}}{gD_e}\right)$ дає змогу побачити, що найбільша ефективність процесу отримано при $90 \leq \frac{\Delta P_{ш}}{gD_e} \leq 105$ та $1,4 \leq K_w \leq 1,55$, рисунок 4.30.

В цих межах при такому складі гранульованого продукту доцільно підтримувати технологічні параметри, що впливають на вищевказані величини.

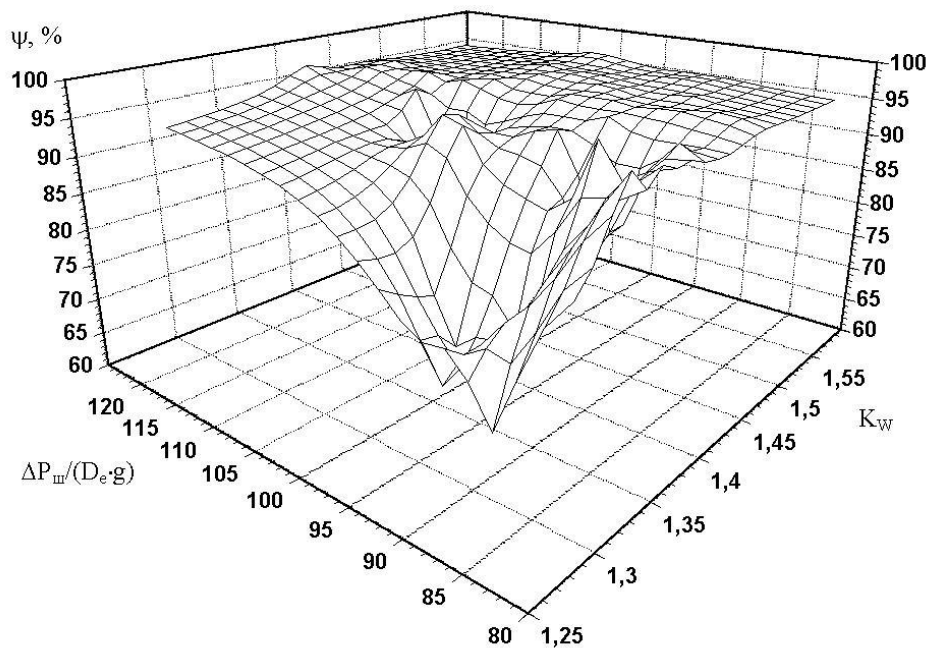
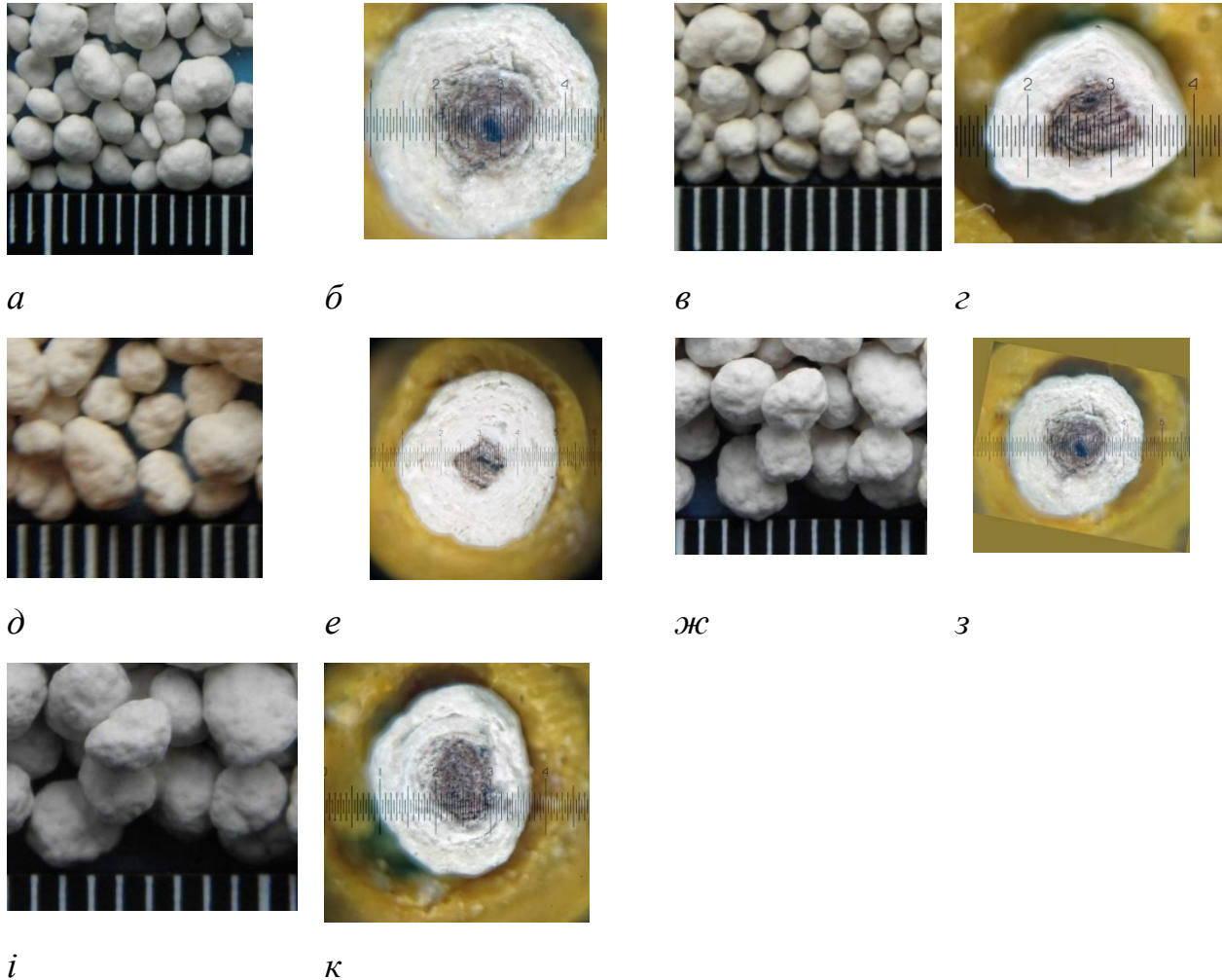


Рисунок 4.30 – Залежність $\psi = f\left(K_w, \frac{\Delta P_{ш}}{gD_e}\right)$

Загальний вигляд готового продукту та сколів гранул наведено на рисунку 4.31. Комплексна оцінка ефективності процесу із застосуванням функції втрат якості $L = f(\bar{\tau})$ та коефіцієнта гранулоутворення $\psi = f(\bar{\tau})$, рисунок 4.32.



a, б – перша серія; *в, г* – друга серія; *д, е* – третя серія; *ж, з* – четверта серія; *і, к* – п'ята серія

Рисунок 4.31 – Загальний вигляд азотно-кальцієвих добрив та їх сколів з підвищеним вмістом кальцію

Так, в I серії значення $L < 1$ має точковий характер, та $\psi \leq 70\%$. Флуктуація L в II та III серіях пояснюється збільшенням $D_e > 2,3$ мм, тому застосування

зовнішнього рециклу за масовим розподіленням та продуктивністю забезпечило $L < 0,2$.

Враховуючи стохастичну природу процесу, необхідно за результатами ситового аналізу проводити розрахунок потужності джерела нових центрів грануляції та визначати способи його реалізації.

Проведені експериментальні дослідження підтвердили адекватність фізичної та математичної моделі та дозволили визначити технологічні показники для розроблення промислового обладнання.

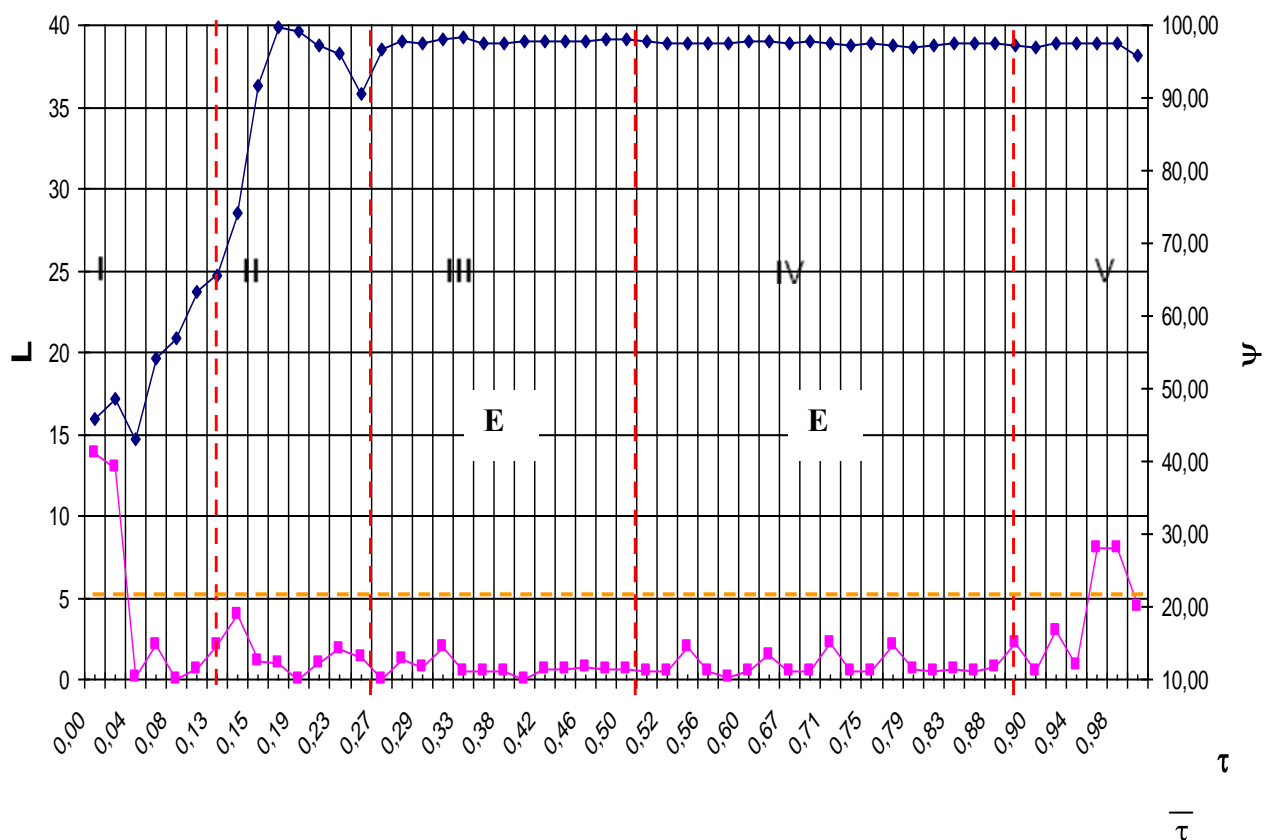


Рисунок 4.32 – Комплексна оцінка ефективності процесу.

4.2 Узагальнена модель утворення мінерально-гумінових добрив

Для забезпечення стійкої кінетики багатofакторного процесу утворення гуміново-мінеральних твердих композитів з вираженим стохастичним характером необхідно своєчасно змінювати технологічні параметри.

Моделі, запропоновані попередньо, не в повній мірі враховують природу

процесу утворення мінерально-гумінових твердих композитних структур. Для врахування стохастичної природи процесу доцільно використовувати метод нечіткої логіки, який полягає у застосуванні нечітких множин і лінгвістичних змінних. Для цього використано середовище MatLab із додатком нечітких множин FuzzyLogicToolbox [114–116].

Враховуючи природу процесів, запропоновано в моделі виділити два блоки – *основний* і *проміжний*. Структуру моделі наведено на рисунку 4.33.

З урахуванням проведених комплексних досліджень, визначено такі базові входні параметри для *проміжного блоку*: масу завантаженого матеріалу (M_w), число псевдозрідження (K_w), температуру газового теплоносія (T_g), еквівалентний діаметр початкових центрів грануляції (D_{enoc}), витрати робочого розчину, що надходить до апарату (Q_p) та його концентрацію (C_p), рис. 4.3. Вихідними змінними з *проміжного блоку* є: висота шару (H_{sh}), температура (T_{sh}) та поточний еквівалентний діаметр часток в шарі (D_{enp}).

Ці параметри разом із параметрами масового γ -розподілення маси гранул за розмірами n і z , функцією потужності нових центрів грануляції $dFi(D)$ та масою отриманого продукту G_{np} визначають коефіцієнт гранулоутворення (Psi) і функцію якості гранульованого продукту (L), рисунок 4.27.

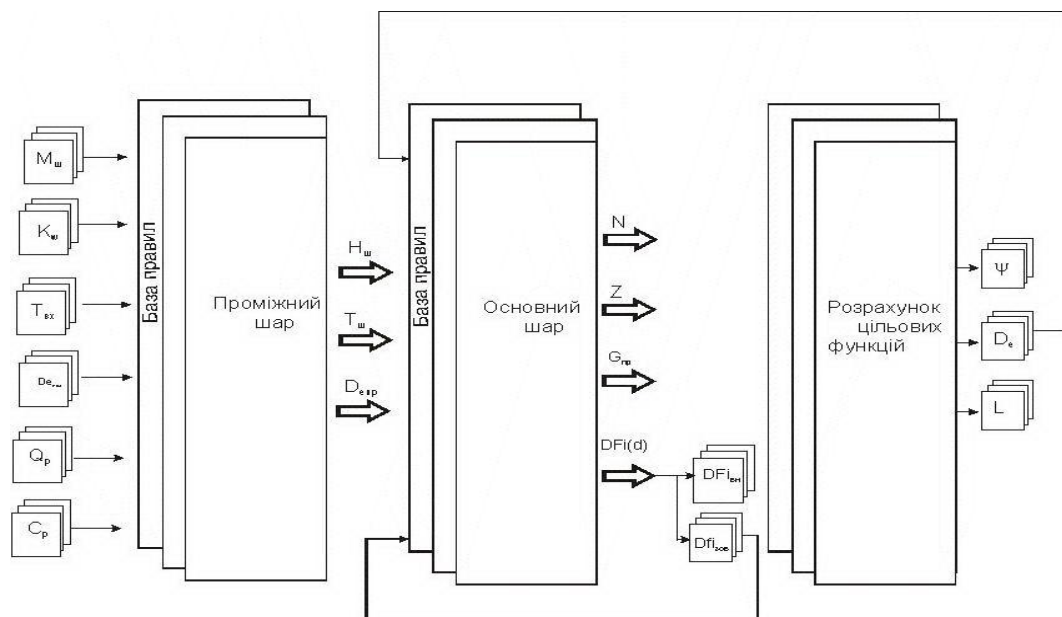


Рисунок 4.33 – Структура моделі зневоднення і гранулоутворення із застосуванням методу нечітких множин

Вхідні змінні моделі вибираються у вигляді функцій належності дзвіноподібної форми (*gbellmf*), рис. 4.34.

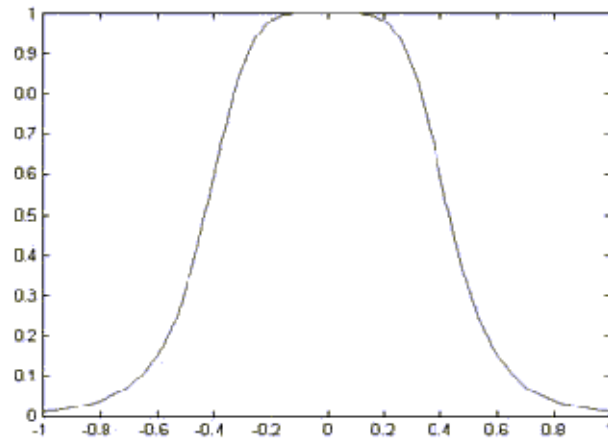


Рисунок 4.34 – Загальний вид дзвіноподібної функції належності

Особливість цих функцій полягає в тому, що вони можуть змінювати не тільки свою форму, але й ширину ділянки з максимальним значенням, як показано на рисунку 4.34.

Підвищення відповідності моделі реальному процесу полягає у створенні бази правил та вибору відповідної кількості функцій належності за результатами експериментальних досліджень.

Зокрема для процесів одержання гуміново-мінеральних твердих композитів складу I, II III для змінних M_{uu} , K_W , T_g , Q_p , C_p , H_{sh} , T_{sh} [118] запропоновано типи функцій належності, наведені на рисунку 4.35.

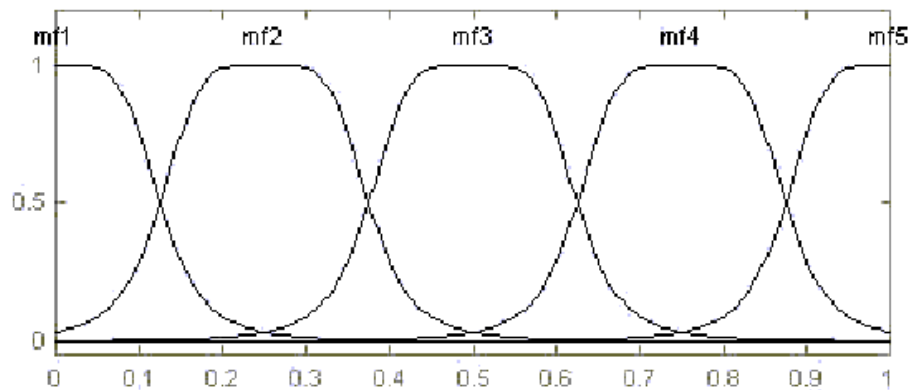


Рисунок 4.35 – Розподіл функцій належності для змінних M_{uu} , K_W , T_g , Q_p , C_p , H_{sh} , T_{sh} .

Відповідно для змінних $D_{еноч}$, $D_{енр}$, n і z з урахуванням більшого ступеня їх варіативності запропоновано функцію приналежності [118], наведену на рис. 4.36.

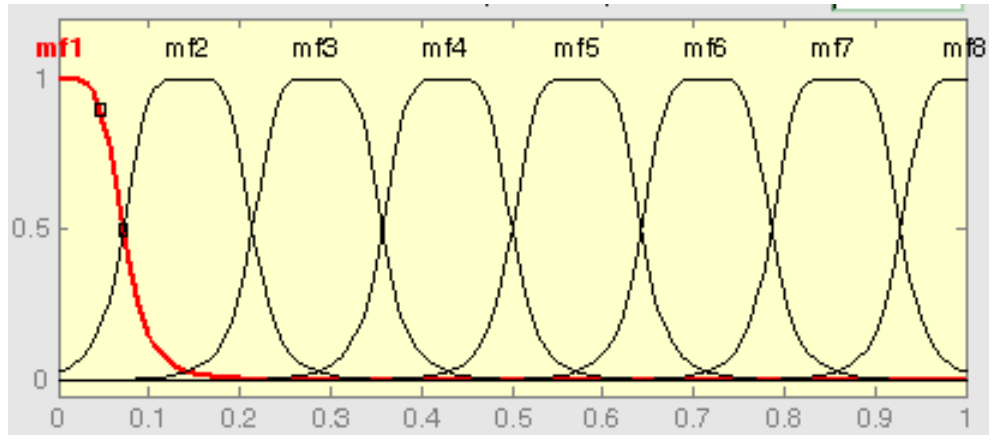


Рисунок 4.36 – Розподіл функцій належності для змінних $D_{еноч}$, $D_{енр}$, " n " і " z ".

Окрім того, створено базу правил, які описують якісні зміни вихідних при варіативних змінах вхідних параметрів (додаток К). Таким чином, узагальнена структурна схема моделі безперервного процесу утворення гуміново-мінеральних твердих композитів наведена на рисунку 4.37.

Модель ґрунтується на трьох модулях: I – вхідні змінні, що враховують технологічні параметри, хімічний склад продукту тощо, II модуль – врахування особливостей кінетики, способу стабілізації дисперсного складу, III – якісні й кількісні характеристики, що характеризують ефективність процесу.

Функція якості " L " враховує відхилення масового розподілення гранульованого продукту від заданого, коефіцієнт гранулоутворення " Psi " визначається відношенням маси гранульованого продукту до маси сухих речовин, які надійшли з робочим розчином. Область бажаних значень для цих функцій є: $L \rightarrow 0$, $Psi \rightarrow 0,99$. [119,120]

Для досягнення поставленої мети блок " Psi " має зворотній зв'язок з змінними " Tsh ", " Hsh ", " De_{np} ".

Основною умовою стійкої кінетики процесу утворення твердих композитів з пошаровою структурою є забезпечення стабільності загальної поверхні частинок в шарі та їх числа з урахуванням вивантаження

гранульованого продукту та відновлення центрів грануляції за рахунок внутрішнього або зовнішнього джерела.

Для цього у блоці II і III безперервно за допомогою вбудованих функцій середовища MatLab обраховуються задане та поточне значення функції потужності нових центрів грануляції $Fi(D)$, розраховуються їх розбіжність $dFi(D)$. В разі набуття функцією $dFi(D)$ в діапазоні від 0–2,3 від'ємних значень (недостатня інтенсивність утворення нових центрів грануляції) необхідно вводити додатково в апарат нові центри грануляції із зовні. При значеннях $dFi(D)=0$ центри грануляції утворюються за рахунок подрібнення частини великих гранул – внутрішній рецикл. Наявність зворотнього зв'язку з попередніми блоками дозволяє за спеціальним алгоритмом визначити зміну відповідних параметрів.

В таблиці 4.2 наведені значення у відповідних точках процесу.

Таблиця 4.2 – Результати розрахунку моделі

№	Блок I						Блок II						Блок III	
	Kw	Tg	Qp	Sp	Den	Mp	H _{sh}	T _{sh}	n	z	n/z	dFi(d)	Psi	L
1	0.5	2	0.5	0.4	2.2	5000	0.50	0.50	19	8.411	2.3	0	0.97	0
2	0.5	2	0.5	0.4	1.5	5000	0.50	0.50	12	8.572	1.4	2.17	0.9	24.5
3	0.5	2	0.5	0.4	2.6	5000	0.50	0.50	19	5.299	3.5	-2.93	0.86	4.80
4	0.5	2	0.5	0.4	3	5000	0.50	0.50	17	3.779	4.5	-3.958	0.89	12.6
5	0.5	2	0.5	0.4	3.5	5000	0.50	0.50	21	3.73	5.5	-4.305	0.81	12.8

Як видно з таблиці 4.2, для різних типів процесу, і, відповідно, для різних заданих значень вхідних змінних отримано різні результати. Для типу процесу 1 значення цільових функцій отримано задовільні, тобто при цих вхідних значеннях процес може проходити відносно стабільно. Для типу процесу 2 значення функцій Psi і L мають відхилення від заданих в даний момент часу, тобто необхідно вносити корегування у відповідні значення проміжного блоку для досягнення стабільної кінетики процесу [121].

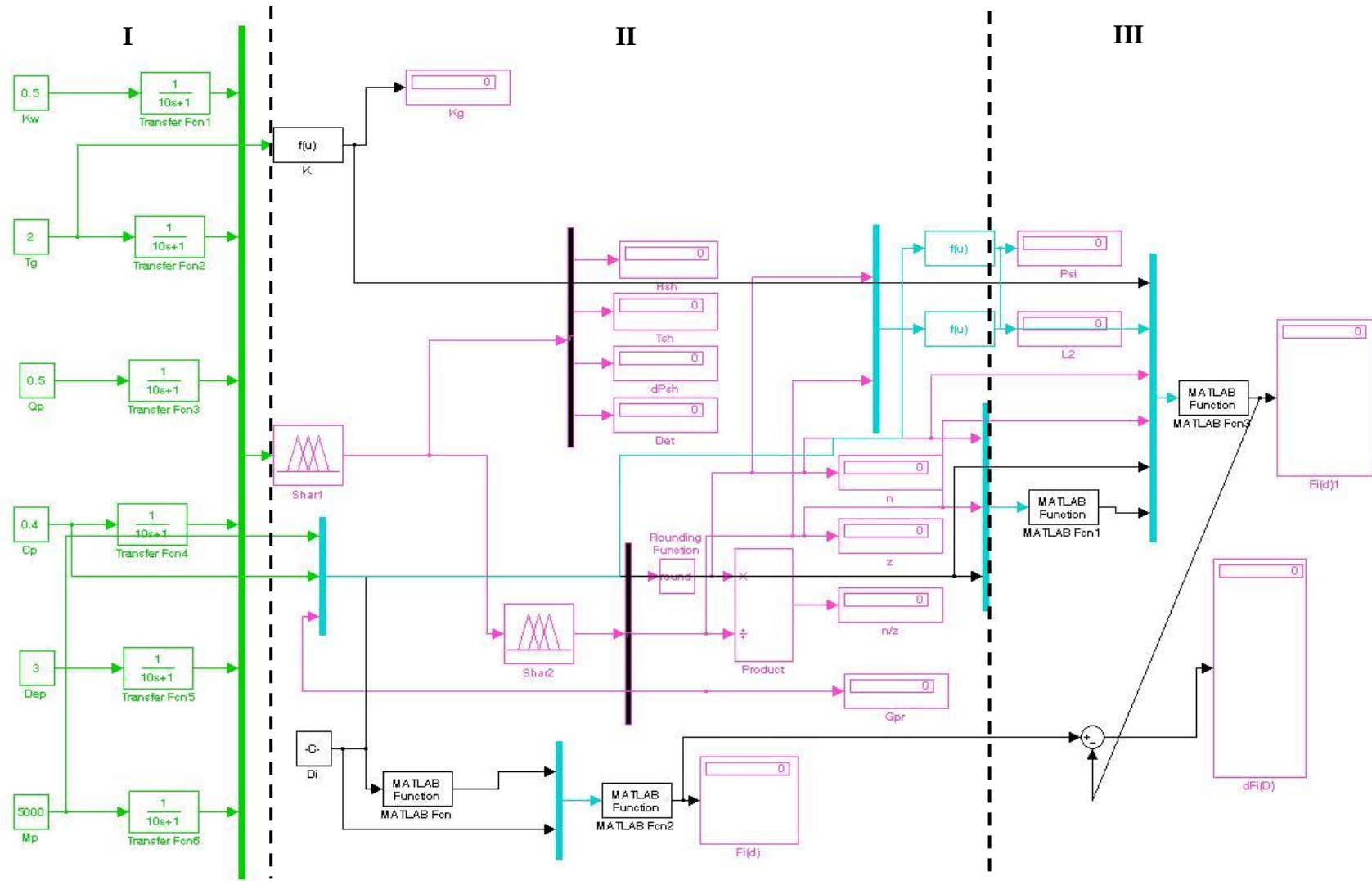


Рисунок 4.37 – Структурна схема робочої моделі системи гранулоутворення гуміново-мінеральних твердих композитів

Типи процесу 3,4,5 відрізняються отриманим значенням поточного еквівалентного діаметра (відношення n/z), що негативно впливає на функцію втрат якості і зумовлює негативні значення функції $dFi(d)$, тобто для заданих типів процесу необхідно застосувати зовнішнє джерело нових центрів грануляції для стабілізації кінетики процесу.

Запропонована математична модель дозволяє визначити вплив вхідних характеристик на основні технологічні параметри процесу, висоту псевдозрідженого шару H_{sh} , його температуру T_{sh} , і, як наслідок, на ефективність процесу гранулювання і основні характеристики гранульованого продукту (дисперсний склад, еквівалентний діаметр, якість продукту).

Це дасть змогу в умовах промислової реалізації технології виробництва гранульованих гуміново-мінеральних добрив визначити ступінь дії системи автоматичного керування процесом в разі виникнення збурень внаслідок стохастичної зміни окремих технологічних параметрів процесу, а при форс мажорних ситуаціях оперативно вивести установку з робочого режиму і визначити порядок дій технічного персоналу, що дасть можливість зменшити енерговитрати та отримати максимальну кількість якісного продукту з відповідними характеристиками, визначеними заздалегідь.

4.3 Практичне застосування результатів досліджень

За результатами теоретико-експериментальних досліджень розроблено технологічну схему промислової установки для одержання гуміново-азотних твердих композитів, рисунок 4.38. Установка призначена для переробки водяних розчинів сульфату амонію виробництва капролактаму. Установка складається з гранулятора 1 та блоків подачі гарячого теплоносія (теплогенератор 2, вентилятор 12), подачі розчину в апарат (ємність для розчину СА 8, ємність гумінових речовин та домішок 9, відцентрові насоси 14,

16), вивантаження готового продукту (бункери 6, транспортер 10, установка для фасування 11) та очистки (сухий циклон 3, мокрі циклони 4, промивник СИОТ 5, ємність 7, вентилятор 13, відцентровий насос 15).

Теплоносій при температурі 280–350 °С подається до гранулятора 1, проходить крізь щілини його газорозподільного пристрою і надходить до шару зернистого матеріалу (гранули або кристали) і переводить його у псевдозріджений стан. Після досягнення шару температури 90 °С з ємностей 8 і 9 подається робочий розчин, який диспергується в псевдозріджений шар.

Після контакту з нагрітим теплоносієм відбувається видалення вологи і на поверхні гранул утворюється мікрокристалічний шар сухого матеріалу. Цикл повторюється багатократно, що призводить до збільшення розмірів гранул.

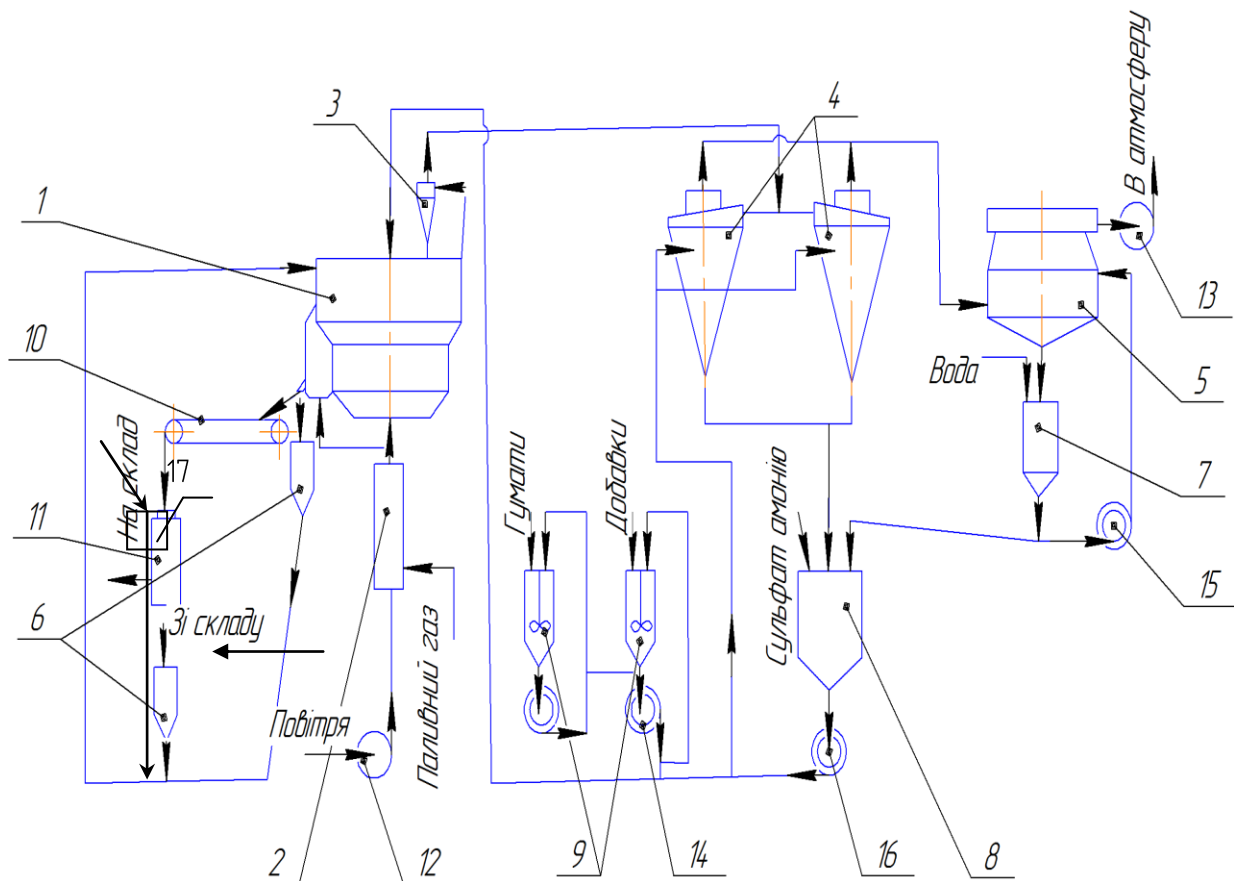
Витрати розчину, що подається до гранулятора 1, визначається за температурою шару в характеристичній точці і регулюється автоматично. При досягненні визначеного розміру гранули вивантажуються з апарату та частково подрібнюються. Подрібнені гранули стають новими центрами грануляції. Вилучення частинки з розмірами $d_{\text{ч}}=0,25$ мм здійснюється в сухому циклоні 3.

Остаточна очистка відпрацьованого теплоносія здійснюється у зрошуваних циклонах 4 і промивнику 5, після чого теплоносій викидається в атмосферу за допомогою вентилятора 13.

Циклони 4 зрошуються вихідним розчином сульфату амонію, а утворена суспензія вертається в ємність 8.

Промивник 5 зрошується конденсатом сокової пари через ємність 7 і циркуляційний контур. Концентрація розчину у циркуляційному контурі не повинна перевищувати 20%, після досягнення цього значення розчин відводиться в ємність 8.

Товарна фракція гранульованого продукту виводиться з гранулятора 1 через секторний живильник і за допомогою стрічкового транспортера 10 подається на установку для упакування 11.



1 – гранулятор; 2 – теплогенератор; 3– сухий циклон; 4 – мокрі циклони; 5 – промивник СИОТ; 6 – бункери центрів гранулції; 7 – ємність; 8 – ємність для розчину СА; 9 – ємність для гумінових речовин та домішок; 10 – транспортер; 11 – установка для фасування; 12, 13 – вентилятори; 14, 15, 16 – відцентрові насоси, 17 – дезінтегратор

Рисунок 4.38 – Схема промислової установки виробництва мінерально-гумінових добрив

4.4 Обґрунтування методики розрахунку апарату для одержання мінерально-гумінових добрив

Метою розрахунку є визначення технологічних параметрів процесу та основних розмірів апарату для одержання мінерально-гумінових добрив.

Процес гранулоутворення багатошарових мінерально-гумінових композитів передбачається з технологічними параметрами, визначеними за результатами теоретично-експериментальних досліджень.

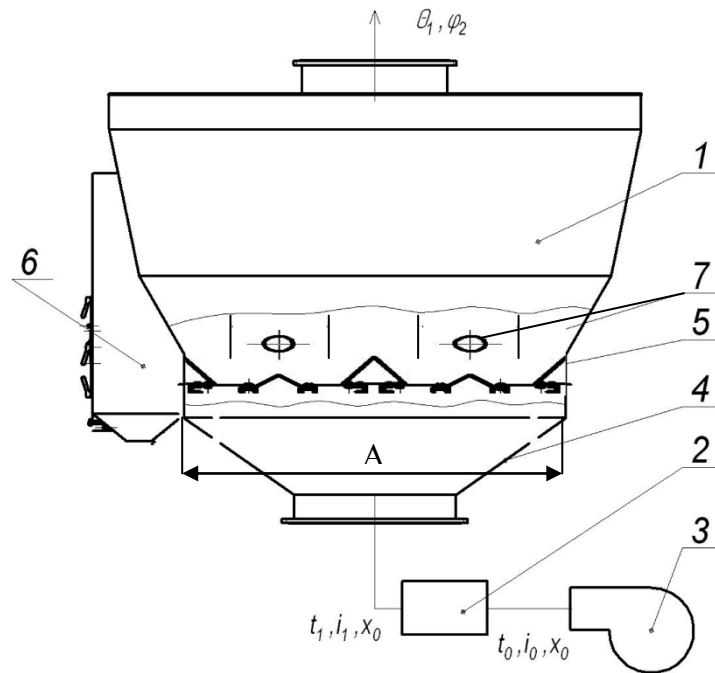
Запропонований спосіб дозволяє одержувати мінерально-гумінові композити сферичної форми з рівномірним розподіленням макродомішок органічних компонентів по всьому об'єму, з міцністю до 10 Н на гранулу.

Алгоритмічна схема та програма для розрахунку наведені в додатку Л.

4.4.1 Вихідні дані

Продуктивність по гранульованому продукту, $кг/с$	G_2
концентрація робочого розчину, $\%(мас)$	x_p
кінцева вологість готового продукту, $\%(мас)$	u_2
температура теплоносія перед камерою, $^{\circ}C$	t_1
температура теплоносія в шарі, $^{\circ}C$	t_2
початкова температура робочого розчину перед диспергуванням, $^{\circ}C$	t_0
теплоємність матеріалу гранул, $кДж/кг$	c_m
густина матеріалу, $кг/м^3$	ρ_m
середній діаметр частинок у псевдозрідженому шарі, $м$	$d_{сер}$
максимальний діаметр частинок у псевдозрідженому шарі, $м$	d_{max}
мінімальний діаметр частинок у псевдозрідженому шарі, $м$	d_{min}
кінетична в'язкість повітря, при температурі шару, $м^2/с$	ν
вологівміст повітря до апарата, при температурі шару, $кг/кг$	x_o

Схема апарата з псевдозрідженим шаром зображена на рисунку 4.39.



1 – камера гранулятора; 2 – камера спалювання природного газу (теплогенератор); 3 – вентилятор; 4 – вхідний дифузор; 5 – газорозподільний пристрій; 6 – камера сепаратора; 7 – диспергатор

Рисунок 4.39 – Принципова схема апарата з псевдозрідженим шаром.

4.4.2 Матеріальний баланс гранулятора

Масові витрати робочого розчину з урахуванням заданої продуктивності G_2 , кг

$$G'_1 = \frac{G_2(1+a)(100-U_2) \cdot 100}{100 - (100 - x_p)\psi},$$

де a – коефіцієнт, що враховує фізичні втрати розчину у магістралях, %; ψ – коефіцієнт гранулоутворення, %;.

Тоді кількість видаленої вологи дорівнює

$$W_1 = G'_1 \cdot \frac{100 - x_p}{100}.$$

Кількість сухих речовин в робочому розчині, що надходить до апарату

$$G_1 = \frac{G'_1 x_p}{100}.$$

Кількість матеріалу, яка виноситься з апарату теплоносієм

$$G_n = G_1 - G_2.$$

Згідно досліджень, 50% від кількості матеріалу вловлюється на першій ступені $d_e > 0,25$ мм, як центри грануляції, безпосередньо в грануляторі, а решта – на мокрих циклонах, та промивнику "СИОТ".

4.4.3 Тепловий баланс гранулятора

Зріджуючим агентом є повітря, яке нагрівається в теплогенераторі при спалюванні природного газу, до складу якого входять: CH_4 , C_2H_6 , C_3H_8 , CO_2 , N_2 .

Теплотворна здатність газу визначається за виразом

$$Q_H^p = 358,2C_{\text{H}_4} + 637,5C_{\text{C}_2\text{H}_6} + 912,5C_{\text{C}_3\text{H}_8}$$

і, відповідно, вологовміст димових газів визначається як

$$X'_0 = g_z \sum \frac{0,09}{(12m + n)} C_m H_n + X_0,$$

де g_z – витрати природного газу на 1 кг повітря, яке нагрівається і обчислюється

$$g_z = \frac{i_1 - i_0}{Q_H^p},$$

де i_1 – ентальпія повітря, яке виходить з тепло генератора, кДж/кг

$$i_1 = (1 + 1,96X'_0)t_1 + 2480X_0;$$

i_0 – ентальпія повітря, яке надходить до тепло генератора, кДж/кг

$$i_0 = (1 + 1,96X_0)t_0 + 2480X_0.$$

4.4.4 Теплові витрати

Теплові втрати у грануляторі віднесені на 1 кг випаруваної вологи розраховуються, як

$$\Delta = q_M + q_{BT} - C_B \Theta_1$$

де q_M – теплові втрати з висушенням матеріалом розраховуються за виразом

$$q_M = G_2 C_M (t_2 - \Theta_2) / W ;$$

q_{BT} – теплові втрати на навколишнє середовище приймаються на рівні 5% від загальної витрати теплоти

$$q_{BT} = 0,05(2480 + 1,69\Theta_2 + q_M - 4,19\Theta_1) ;$$

t_2 – температура теплоносія на виході з апарату, °С; t_0 – температура повітря перед калорифером, °С; Θ_1 , Θ_2 – відповідно температура матеріалу до і після гранулятора, °С.

Абсолютну вологоємність теплоносія на виході з гранулятора визначаємо за системою рівнянь

$$\begin{cases} \frac{i_1 - i_2}{x_2 - x_0} = q \\ i_2 = (1 + 1,96x_2)t_2 + 2480x_2 \end{cases}$$

звідки

$$x_2 = \frac{i_1 - x_0 \Delta - 10t_2}{\Delta + 1,96t_2 + 2480} .$$

Ентальпія повітря на виході з апарату, кДж/кг

$$i_2 = (1 + 1,96x_2)t_2 + 2480 .$$

Питомі витрати теплоти, кДж/(кг вологи)

$$\frac{i_1 - i_0}{x_2 - x_0} = q .$$

Тепловий коефіцієнт корисної дії гранулятора

$$\eta = r/q$$

Загальні витрати теплоти, кДж

$$Q = q \cdot w$$

Витрати природного газу, м³

$$V_z = \frac{Q}{Q_n^p \beta}$$

де Q_n^p – найменша теплотворна здатність природного газу, кДж/м³;

β – ККД теплогенератора.

Питомі витрати абсолютно сухого повітря, кг/кг

$$\frac{1}{x_2 - x_0} = l.$$

Загальні масові витрати теплоносія, кг

$$L = wl.$$

Відносну вологість відпрацьованого носія можна обчислити за виразом

$$\varphi_2 = \frac{X_2 P 100}{P_n (X_2 + 0,622)},$$

де P – абсолютний тиск у грануляторі, Па.

Тоді об'ємні витрати теплоносія після гранулятора з температурою t_2 і відотною вологістю φ_2 при $P \approx 10^5$ Па розраховується:

$$V_{\text{ВГ}} = \frac{LR_r (T_0 + t_2)}{P_{\text{нас}} (X_2 + 0,622)}.$$

Продуктивність нагнітаючого вентилятора, м³

$$V_B = \frac{L}{\rho_B}.$$

4.4.5 Дисперсний склад псевдозрідженого шару

Функції сепарації:

$$S = \frac{d^5}{d^5 + d_0^5},$$

де d_0 – діаметр “порогу” сепарації, мм; d – поточний діаметр гранул, мм.

Звідси розраховуємо діаметр “порогу” сепарації при заданні значень функції S з урахуванням конкретних умов:

$$S = \begin{cases} S_1 = 0,1; d \leq d_1; \\ S_2 = 0,9; d = d_2; \end{cases}$$

$$d_0 = \frac{\sqrt[5]{d_1^5(1-S_1)}}{S_1}.$$

Для випадку, коли $d_1=1,5$; $S_1=0,1$, діаметр “порогу” сепарації дорівнює

$$d_0 = \frac{\sqrt[5]{1,5^5(1-0,1)}}{0,1} = 2,3277\text{мм} \approx 2,33\text{мм}.$$

Тоді, середній розмір частинок у псевдозрідженому шарі задовольняє умовам $d_{cp} \geq d_0$, не повинен бути меншим. Тому, приймаємо для стаціонарного процесу $d_{cp}=2,5$ мм.

4.4.6 Потужність внутрішнього джерела нових центрів грануляції

Розподілення маси гранул за їх розмірами в апараті псевдозрідженого шару в стаціонарному процесі з вірогідністю 0,99 за критерієм Фішера, що описується статистичним γ -розподіленням (2.16):

Середній розмір часток в шарі:

$$\bar{D} = \frac{n}{z}, \text{мм}.$$

За даними ситового аналізу будуюмо задану функцію масового розподілення і фактичну функцію масового розподілення гранул за розмірами (*I*) та розрахункову з рівняння (2.16) (*II*), рисунок 4.40.

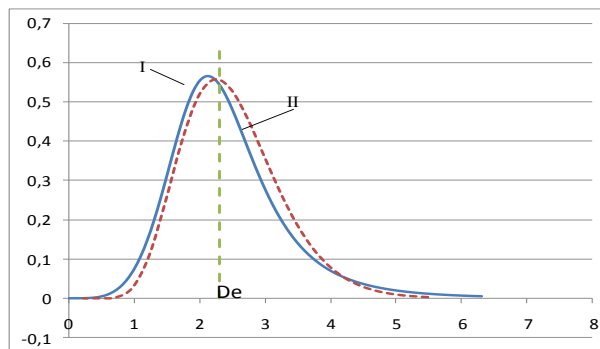


Рисунок 4.40 – Загальний вигляд масового розподілення

Після чого за виразом (2.20) будемо функції потужності джерела нових центрів грануляції для реальної I та розрахункової II залежностей.

Функція потужності джерела нових центрів грануляції має синусоїдальну форму. Область, в якій φD набуває значень більше нуля, свідчить про утворення нових центрів грануляції з розподіленням маси за розміром частинок в інтервалі $0 \leq d \leq d_{ст}$.

Область, де функція φD набуває значень менше нуля, характеризується розподіленням маси частинок за розміром в інтервалі $d_{ст} \leq d \leq d_{max}$, в якому відбувається вивантаження великих гранул з апарату та їх подрібнення.

Значення середнього діаметру частинок в апараті, при якому функція $\varphi D = 0$, називається діаметром динамічної стабілізації дисперсного складу і позначається $d_{ст}$. Звідки, середній час перебування частинки в робочому циклі:

$$\bar{\tau} = \frac{1}{K}, \text{ год}$$

Тобто, потужність джерела нових центрів може реалізовуватись за рахунок подрібнення гранул великих розмірів в апараті – внутрішній рецикл, тоді $\Delta\varphi=0$, тобто $\varphi(D)=\varphi_{вн}$, $\Delta\varphi=\varphi(D)-\varphi_{вн}=0$.

Якщо $\varphi_{вн}<\varphi(D)$, то для стабілізації дисперсного складу необхідно вводити зовнішній рецикл,

$$\Delta\varphi=\varphi(D)-\varphi_{вн},$$

потужність та масове розподілення якого визначається з (2.15).

4.4.7 Робоча швидкість теплоносія

Розрахунку критичної швидкості початку псевдозрідження, м/с

$$W_{кр} = \frac{Re_{кр} \cdot \nu_t}{d_{ср}},$$

де $Re_{кр}$ – критичне значення числа Рейнольса:

$$\text{Re}_{kp} = \frac{Ar \varepsilon_0^{4,75}}{18 + 0,61 \sqrt{Ar \varepsilon_0^{4,75}}},$$

де ε_0 – порозність, для початку псевдозрідження $\varepsilon_0=0,4$;

Ar – число Архімеда.

$$Ar = \frac{g d_{cp}^3 (\rho_m - \rho_z)}{\nu_z^2 \rho_z},$$

де ρ_m – густина гранул, кг/м³;

ρ_z – густина теплоносія при густині шару t_2 , кг/м³;

ν_z – коефіцієнт кінематичної в'язкості газу при t_2 , м²/с.

Робочу швидкість зріджувального агента визначаємо при $\varepsilon_p=0,6$, що впливає з експериментів

$$\text{Re}_p = \frac{Ar \varepsilon_p^{4,75}}{18 + 0,61 (Ar \varepsilon_p^{4,75})^{1,5}}.$$

Тоді робоча швидкість зріджувального агента в апараті на рівні газорозподільного пристрою розраховується за виразом:

$$W_{p1} = \frac{\text{Re}_p \nu_t}{d}.$$

Для випадку розрахунку швидкості виносу частинок із апарата ($\varepsilon_g=1$), тоді

$$\text{Re}_g = \frac{Ar}{18 + 0,61 (Ar)^{0,5}},$$

$$W_g = \frac{\text{Re}_g \nu_t}{d}.$$

4.4.8 Розрахунок площі газорозподільного пристрою

Розрахунок проводиться згідно схеми на рисунку 4.41.

Секундна витрата:

$$V_{сек} = F_a \cdot W_p, \text{ м}^3/\text{с},$$

де F_a – площа живого перетину ГРП

$$F = A \times B = 0,093 \times 0,1 = 0,0964 \text{ м}^2;$$

W_p – робоча швидкість в ГРП, м/с.

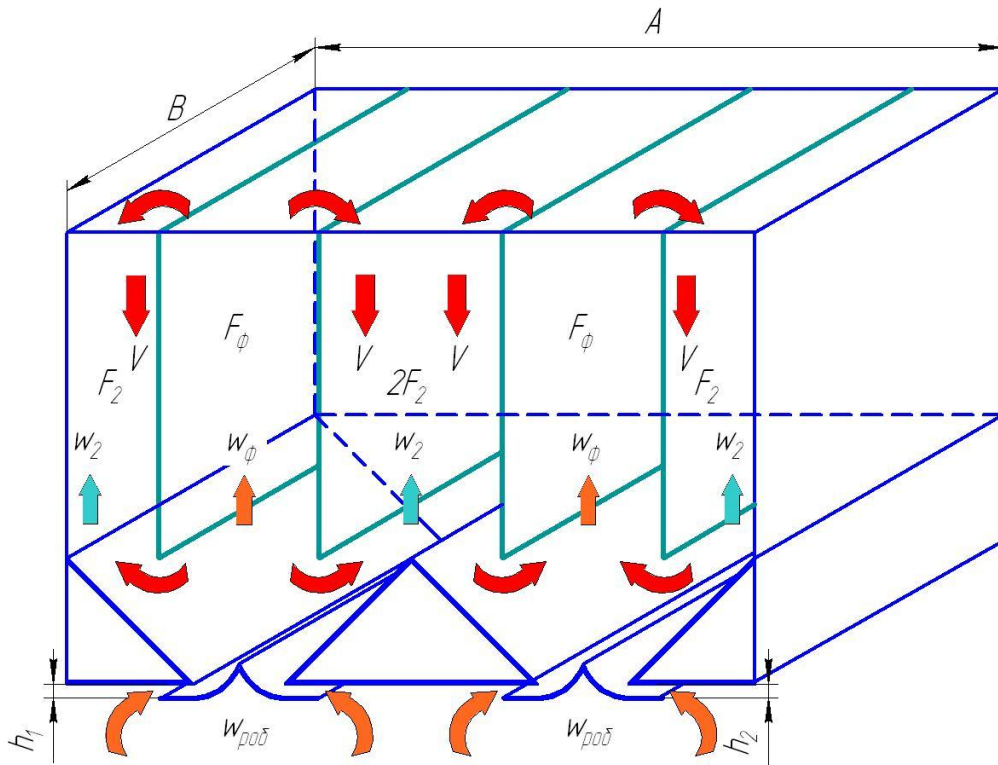


Рисунок 4.41 – Розрахункова схема газорозподільного пристрою

Враховуючи розподілення швидкостей по живому перетину ГРП з умови, що $W_2 = 0,8W_{кр}$ – швидкість теплоносія у низхідній зоні, м/с, а $W_\phi = 8W_{кр}$ – швидкість теплоносія у фонтані, м/с. Тоді рівняння (4.43) набуває вигляду:

$$V_{сек} = 2W_\phi F_\phi + 4W_2 F_2 = W_{кр} (16F_\phi + 3,2F_2), \text{ м}^3/\text{с},$$

де F_ϕ та F_2 – відповідно площа поперечного перетину фонтануючої та низхідної зони, м^2 .

Тоді площа ГРП:

$$F_a = 2F_\phi + 4F_2, \text{ м}^2.$$

Площа поперечного перетину фонтануючої зони:

$$F_\phi = \frac{F_a - 4F_2}{2}, \text{ м}^2.$$

Отже, реальна швидкість псевдозрідження:

$$W'_p = \frac{V_{\text{сек}} \left(\frac{273 + t_2}{273} \right)}{F_a}, \text{ м/с}.$$

Тоді, питома продуктивність по волозі A_f повинна бути не менше, ніж

$$A_f = 700 \text{ кг/м}^2\text{Г}:$$

$$A_f = \frac{W}{F}, \text{ кг/м}^2 \cdot \text{ГОД}$$

Дійсна швидкість газів безпосередньо над газорозподільною решіткою:

$$\overline{W}_p = W'_p \frac{273 + t_1}{273 + t_2}, \text{ м/с}.$$

Критерій Архімеда для умов виносу $d_{\text{мін}} = 0,25 \text{ мм}$:

$$Ar_{\text{віт}} = \frac{g \cdot d_{\text{мін}}^3 \cdot \rho_{\text{г}} - \rho_{\text{т2}}}{v_2^2 \cdot \rho_{\text{т2}}}.$$

Критерій Рейнольдса для умов виносу часток $\varepsilon = 1$:

$$Re_{\text{віт}} = \frac{Ar_{\text{віт}}}{18 + 0,61\sqrt{Ar_{\text{віт}}}}.$$

Швидкість виносу часток з мінімальним розміром:

$$W_{\text{віт}} = \frac{Re_{\text{віт}} \cdot v_{\text{т2}}}{d_{\text{мін}}}, \text{ м/с}.$$

Площа апарату в зоні сепараційного простору:

$$F'_c = \frac{V_{\text{вт}}}{W_{\text{віт}}}, \text{ м}^2.$$

Тоді швидкість в щілинах газорозподільної решітки, при заданому коефіцієнті живого перетину φ $\varphi = 5 - 10\%$, розраховується:

$$W_{\text{щ}} = \frac{\overline{W_p}}{\varphi}, \text{ м/с.}$$

4.4.9 Гідравлічний розрахунок апарата

Гідравлічний опір вхідного штуцера визначається за формулою:

$$\Delta P_{\text{вх}} = \xi_1 \frac{W_{\text{вх}}^2 \cdot \rho_{t_1}}{2}, \text{ Па,}$$

де $\xi_1 = 0,5$ – коефіцієнт гідравлічного опору штуцера, вибирається із довідника; ρ_{t_1} – густина теплоносія при температурі на вході в апарат:

$$\rho_{t_1} = \frac{\rho \cdot 273}{273 + t_1}, \text{ кг/м}^3,$$

$W_{\text{вх}}$ – швидкість теплоносія у вхідному штуцері, м/с:

$$W_{\text{вх}} = \frac{L}{\rho_{t_1} \cdot F_{\text{вх}}}, \text{ м/с,}$$

де $F_{\text{вх}}$ – поперечний перетин вхідного штуцера.

Гідравлічний опір газорозподільного пристрою (ГРП):

$$\Delta P_2 = \xi_2 \frac{W_{\text{щ}}^2 \cdot \rho_{t_1}}{2}, \text{ Па,}$$

де ξ_2 – коефіцієнт гідравлічного опору ГРП для заданої конструкції становить $\xi = 0,733\varphi$, при $\varphi = 3,4\%$.

Для даної конструкції ГРП коефіцієнт живого перерізу у відсотках визначається за співвідношенням:

$$\varphi = \frac{h_1 + h_2}{L \cdot B} B 100\% = \frac{h_1 + h_2}{L} 100\%,$$

де h_1, h_2 – висота щілин для проходу повітря, м;

L, B – відповідно довжина та ширина ГРП, м.

Конструкція ГРП жалюзійного типу, зі змінним коефіцієнтом живого перерізу від 3,4% до 10,2%, що досягається шляхом повороту двох робочих пластин навколо осі без зупинки апарату. Кут вершини центральної призми збільшено до 120° . Зміна розміру щілин забезпечує інтенсивний, направлений, висхідний рух матеріалу в зоні зрошення, що призводить до усунення застійних зон та пульсуючого режиму.

Гідравлічний опір псевдозрідженого шару:

$$\Delta P_{\text{ш}} = g \cdot \rho_{\text{н}} \cdot (1 - \varepsilon_p) \cdot H_{\text{ш}}, \text{ Па},$$

де $H_{\text{ш}}$ – висота псевдозрідженого шару:

$$H_{\text{ш}} = \frac{\tau \cdot G_1 \cdot x_p \cdot \eta}{F \cdot (1 - \varepsilon_p) \cdot \rho_{\text{н}}}, \text{ м}.$$

Висота сепараційної зони:

$$H_c = 2H_{\text{ш}}, \text{ м}.$$

Висота камери гранулятора:

$$H_a = H_{\text{ш}} + H_c, \text{ м}.$$

Гідравлічний опір вихідних штуцерів:

$$\Delta P_{\text{вих}} = 2 \cdot \xi_1 \frac{W_{\text{вих}}^2 \cdot \rho_{t2}}{2}, \text{ Па},$$

де $W_{\text{вих}}$ – швидкість теплоносія у вихідних штуцерах.

$$W_{\text{вих}} = \frac{L}{\rho_{t2} \cdot F_{\text{вих}}}, \text{ м/с}.$$

Тоді сумарний гідравлічний опір гранулятора (без циклонів) буде:

$$\sum \Delta P = \Delta P_{\text{вх}} + \Delta P_2 + \Delta P_{\text{ш}} + \Delta P_{\text{вих}}, \text{ Па}.$$

Витрати потужності:

$$N = \frac{\sum \Delta P \cdot V_B}{1000}, \text{ кВт.}$$

4.4.10 Розрахунок числа диспергаторів кінцевого типу

На підставі експериментальних досліджень при реалізації пошарового механізму гранулоутворення лінійна швидкість диспергатора $\omega_n = 12 \div 15$ м/с, при приведеній товщині плівки $\bar{h} = 6 - 8 \cdot 10^{-6}$ м.

Приймаємо геометричні розміри окремого диспергатора D_1, D_2 , рисунок 4.42. Об'ємні витрати робочого розчину, що доцільно надавати на один диспергатор визначаються:

$$V_p = \pi D_2 \omega \bar{h}, \text{ м}^3/\text{с.}$$

Загальні об'ємні витрати робочого розчину:

$$V_p = \frac{G'_1}{3600 \rho_p}, \text{ м}^3/\text{с.}$$

Тоді кількість диспергаторів:

$$N = \frac{V_1}{V_p}.$$

Проводимо перерахунок об'ємних витрат робочого розчину, що доцільно надавати на один диспергатор з врахуванням кількості диспергаторів:

$$V_p = \frac{V_1}{N}.$$

Звідки визначаємо приведену товщину плівки рідини:

$$\bar{h} = \frac{V_p}{\pi D_2 \omega}.$$

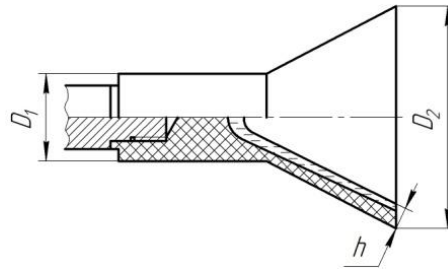


Рисунок 4.42 – Диспергатор конічного типу

4.4.11 Розрахунок зони зрошення диспергатора

На основі проведених експериментальних досліджень безперервного безрециклового процесу зневоднення і грануляції гетерогенних систем встановлено залежність:

$$\psi = f \Delta P_{\text{ш}} / gD_e ; K_w ,$$

на підставі чого відношення гідравлічного опору псевдозрідженого шару, Па, до еквівалентного діаметра $1,5 \leq D_e \leq 2,5$ мм і прискорення сили тяжіння g приймаємо в межах:

$$120 \leq \frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e} \leq 180$$

Середнє питоме навантаження зони зрошення, яка безпосередньо прилягає до диспергатора, на підставі експериментальних досліджень зневоднення і грануляції водних розчинів сульфату амонію приймаємо

$$A_f = 0,556 \cdot 10^{-3} \frac{\text{кг вологи}}{\text{м}^2 \cdot \text{с}}.$$

Визначаємо розрахункову загальну поверхню зони зрошення:

$$f_{\text{з.зр}} = \frac{W}{A_f}, \text{ м}^2,$$

де W – продуктивність за випарованою вологою, кг/с.

Визначаємо загальний об'єм зони зрошення:

$$V_{3.3p} = \frac{f_{3.3p}}{\sigma}, \text{ м}^3$$

де σ – середня питома поверхня частинок у псевдозрідженому шарі, $\text{м}^2/\text{м}^3$, для стаціонарного процесу визначається $\sigma = 1190 \text{ м}^2/\text{м}^3$.

Визначаємо загальний об'єм псевдозрідженого шару, з метою запобігання утворенню нескінчених агрегованих кластерів:

$$H_{\text{ш}} = \frac{V_{\text{ш}}}{F}, \text{ звідки } V_{\text{ш}} = \frac{F}{H_{\text{ш}}}, \text{ м}^3$$

Перевіряємо співвідношення $\frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e}$.

Таким чином розраховане співвідношення задовольняє умову заданого:

$120 < \frac{\Delta P_{\text{ш}}}{gD_e} < 180$, тобто підтверджено експериментальні дослідження

аналітичним розрахунком.

Розраховуємо масу шару в апараті у стаціонарному процесі:

$$G_{\text{ш}} = \frac{\Delta P_{\text{ш}} F}{g}, \text{ кг}$$

Результати розрахунку наведено в додатку Л.

4.5 Висновки до розділу 4

1. Експериментально проведена перевірка адекватності фізичної та математичної моделей процесу утворення мінерально-гумінових добрив.

2. Розроблений метод оцінки потужності джерела нових центрів грануляції дозволив стабілізувати дисперсний склад в псевдозрідженому шарі при безсепараційному вивантаженні гранульованого продукту шляхом введення зовнішнього рецирку з розрахованим дисперсним складом за математичною моделлю.

3. Застосування розробленої методики визначення потужності джерела нових центрів грануляції дозволило стабілізувати дисперсний склад гранульованого продукту при зневодненні реальних розчинів виробництва капролактаму при значеннях коефіцієнта гранулоутворення $\psi \geq 93\%$.

4. Використання комплексної методики оцінки процесу за кінетичними характеристиками (коефіцієнт гранулоутворення $\psi \geq 93\%$ та ступінь відхилення дисперсного складу від заданого – функція втрат якості $L < 1,0$) дозволили визначити область ефективного проведення процесу.

5. За результатами теоретично-експериментальних досліджень розроблено узагальнену математичну модель процесу утворення мінерально-гумінових композитів, яка враховує стохастичну природу процесу та дозволяє адекватно своєчасно змінювати технологічні параметри для реалізації процесу з максимальною ефективністю.

6. Розроблено технологічну схему промислової установки та удосконалено методику розрахунку промислового апарату для вироблення мінерально-гумінових добрив заданого хімічного складу.

ВИСНОВКИ

1. За результатами теоретичних та експериментальних досліджень обґрунтовано засади одержання нових мінерально-гумінових добрив із заданими властивостями з промислових відходів, застосування яких сприятиме збереженню ґрунтів в Україні та підвищить екологічну безпеку при виробництві капролактаму.
2. Встановлено експериментальні закономірності безперервного процесу утворення базових модифікацій азотно-гумінових добрив з домішками сульфату калію та карбонату кальцію з пошаровою структурою та визначено умови стабілізації дисперсного складу.
3. Запропоновано методику апроксимації масового розподілення частинок у псевдозрідженому шарі та розрахунку загальної функції потужності нових центрів грануляції.
4. Встановлено, що наявність в робочому розчині суспендованих частинок карбонату кальцію (до 14%) призводить до підвищення потужності нових центрів грануляції в 5–6 разів.
5. Експериментально встановлено, що для забезпечення процесу утворення досліджених типів мінерально-гумінових добрив з пошаровою структурою з коефіцієнтом гранулоутворення $\psi > 90\%$ мінімальна поверхня частинок у псевдозрідженому шарі визначається із співвідношення $90 \leq \frac{\Delta P}{gD_e} \leq 120$.
6. Запропонована методика комплексної оцінки ефективності процесу, яка враховує якість процесу гранулоутворення ψ та дисперсний склад гранульованого продукту.
7. Проведена перевірка фізичної та математичної моделей при зневодненні реальних розчинів сульфату амонію виробництва капролактаму та розроблена узагальнена математична модель енергоефективного процесу одержання мінерально-гумінових добрив.

ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ

1. Про внутрішнє та зовнішнє становище України в 2013 році : Щорічне Послання Президента України до Верховної Ради України. – К. : НІСД, 2013. – 576 с.
2. Міністерство сільського господарства США [Електронний ресурс]. — Режим доступу: <http://www.usda.gov/wps/portal/usdahome>.
3. Сафранов Т.А. Екологічні основи природокористування. Львів: «Новий світ», – 2003. – 248 с.
4. О.О. Маслак Мінеральні добрива – запорука високих урожаїв // Агробізнес сьогодні №6(229), С. 27–32.
5. Дегодюк Е. Г., Дегодюк С. Е. Екологотехногенна безпека України. Київ: ЕКМО, 2006. – 305 с.
6. В. Трегобчук. Концепція сталого розвитку України // Вісник НАН України, – 2002, №2
7. М.З.Згуровський. Сталий розвиток регіонів України – К.: НТУУ «КПІ», 2009. – XXX с.: іл. – Бібліогр.: с. XXX7XXX. – XXX екз. http://activity.wdc.org.ua/ukraine/Isd_ukr-2400dpi-10.pdf
8. Закон України «Про землеустрій» : прийнятий 22 травня 2003 року № 858–IV // Відомості Верховної Ради України. – 2003. - № 36. – Ст. 282.
9. Концепція сталого розвитку України // Світ. – 1997. – № 12. – С. 5–7.
10. Осипчук С. О. Еколого-економічна модель сталого розвитку землекористування України на середньострокову перспективу / С. О. Осипчук // Землеустрій і кадастр. – 2005. – № 1. – С. 45–61.
11. Екологічна геологія: підручник. / За ред. д.г.-м.н. М.М.Коржнева – Київ: ВПЦ „Київський університет”. – 2005. – 257 с.

12. Іван ШУВАР/Агробізнес Сьогодні №20(219) жовтень 2011
<http://www.agro-business.com.ua/component/content/article/694.html?ed=50>.
13. В.Ф. Сайко Наукові основи стійкого землеробства в Україні // Збірник наукових праць Національного наукового центру “Інститут землеробства УААН” – К.: ВД “ЕКМО”, 2010. – Вип. 3. – С. 3–16.
14. Енергозберігаюча технологія виробництва гранульованих органо-мінеральних добрив / Якушко С.І., к.т.н., доцент СумДУ, Юхименко М.П., к.т.н., доцент/ <http://essuir.sumdu.edu.ua/handle/123456789/24155>
15. Ісаченко А. Г. Екологічні проблеми – М., 1996. – 278 с.
16. Лосєв А. В., Провадкін Г. Т. Соціальна екологія – К., 2000. – 426 с.
Ісаченко А. Г. Екологічні проблеми – М., 1996. – 278 с.
17. Карасюк І.М. Агрохімія / І.М.Карасюк, О.М.Геркіял, Г.М.Господаренко – К.: Вища школа, 1995. – 471с.
18. Новіков Ю. В. Экология, окружающая среда и человек, – СПб, 2001. – 314 с.
19. Вакал С. В. Еколого-економічні аспекти застосування органо-мінеральних добрив / Хімічна промисловість України, 2008, № I с. 46–49.
20. Охорона виробничих стічних вод та утилізація опадів Під редакцією В.М. Соколова – М.: Стройиздат, 1992.
21. Kärman, E, Jönsson, H. (2001). Normalising impacts in an environmental systems analysis of wastewater systems. Water, Science and Technology Vol. 43, no 5, pp 293–300.
22. Інформаційні матеріали за результатами наукових досліджень по держбюджетній темі “Дослідження міжфазових процесів при одержанні твердих композитів з рідких промислових відходів для збереження екологічної рівноваги”. Корнієнко Я.М., Магазій П.М., Степанюк А.Р. К., ПП “Кажан плюс”, 2004 р. – 18 с.

23. Евилович А. З. Утилизация осадков сточных вод – М.: Стройиздат, 1989.
24. Свидетельство на полезную модель №2015949 МПК C05F11/02 Способ получения жидкого гуминового удобрения / Верещагин А.Л., Прищенко Ю.Е., Антонова О.И., Кузьменко И.А., Кузьменко С.И., Брегвадзе Н.Г. – заявитель Верещагин А.Л., Прищенко Ю.Е., Антонова О.И., Кузьменко И.А., Кузьменко С.И., Брегвадзе Н.Г. – № 2263092 RU; заявл. 24.12.2003, опубл. 27.10.2005.
25. Удобрение «Гармония»ТУ У 24.1 – 30507601 – 002 – 2003.
26. Свидетельство на изобретение №2287960 МПК C05F11/02 Способ получения водорастворимого гумата / Апканеев А.В., Дегтярёв В. В., Чумаков А. Н., – заявитель Апканеев А.В., Дегтярёв В. В., Чумаков А.Н.; заявл. 28.02.2005, опубл. 10.11.2006.
27. Свидетельство на полезную модель №13656 МПК C10G1/04 Установка для получения гуминовых веществ (Михеев В.А., Петрова Г.И., Новопашин М.Д., Бычев М.И.; заявл. 25.10.99 г., опубл. 10.05.2000 г.), – Изобретения. Полезные модели. – 2000. – №13.
28. Авторское свидетельство №1648077 МКИ C10G1/04 Способ получения жидких продуктов из угля (Кулагина Е.Ю., Мальцев С.П., Стефанов И.Н., Петрова Г.И., Бычев М.И.; заявл. 11.12.90 опубл. 20.04.96). – Изобретения. Полезные модели. – 1996. – №11.
29. Алексеева Т.П. Комплексные органоминеральные удобрения пролонгированного действия на основе торфа / Т.П. Алексеева, В.Д. Перфильева, Г.Г. Криницын // Химия растительного сырья – 1999, №4, С. 53–59.
30. Свидетельство на полезную модель РФ № 1804093 МКИ C10L5/04 Способ обработки бурого угля (Кулагина Е.Ю., Кулагин С.П., Бычев М.И., Петрова Г.И. заявл. опубл. 20.04.2002) – Изобретения. Полезные модели. – 2000. – №11.

31. Кочетков В.Н. Гранулирование минеральных удобрений / Кочетков В.Н.– М.: Химия, 1975. – 224 с.
32. Классен П.В. Основные процессы технологии минеральных удобрений/ П.В. Классен, И.Г. Гришаев – М.: Химия, 1990. – 304 с.
33. Казакова Е.А. Гранулирование и охлаждение в аппаратах с кипящим слоем / Казакова Е.А. – М.: Химия, 1973. – 152 с.
34. Классен П.В. Основы техники гранулирования (Процессы и аппараты химической и нефтехимической технологии) / П.В. Классен, И.Г. Гришаев – М.: Химия, 1982. – 272 с.
35. Давидсон И. Псевдооживление / Давидсон И., Харрисон Д.; пер. с англ. Айнштейна В. Г., Гельперина Э. Н., Новобратского В.Л. – М.: Химия, 1974. – 728 с.
36. Аэров М.Э. Гидравлические и тепловые основы работы аппаратов со стационарным зернистым слоем./ Аэров М.Э., Тодес О.М. – Л.: Химия. 1968. – 510 с.
37. Гельперин Н.И. Основы техники псевдооживления / Гельперин Н.И., Айнштейн В.Г., Кваша В.Б. – М.: Химия, 1967. – 664 с.
38. Лева М. Псевдооживление / Лева М.; пер. с англ. Айнштейна В.Г. – М.: Гостоптехиздат, 1961. – 400 с.
39. Кунии Д. Промышленное псевдооживление / Д. Кунии, О. Левеншпиль; пер. с англ. под ред. Слинько М.Г. и Яблонского Г.С. – М.: Химия, 1976.– 448 с.
40. Сабадаш С.М. Дослідження процесу сушіння молока в сушарках з псевдозрідженим шаром / С.М. Сабадаш, О.Р. Якуба, В.В. Касянчук // Вісник Сумського національного аграрного університету. – 2008. – № 3(19). –С. 111–114.

41. Якуба О.Р. Интенсификация процесса сушения харчових продуктів / О.Р. Якуба, М.Ю. Савченко // Вісник Сумського національного аграрного університету. – 2006. – № 10(11). – С. 140–144.
42. Ханик Я.М. Гідродинаміка і кінетика процесу сушіння дрібнодисперсних матеріалів у щільному шарі / Я.М. Ханик, В.М.Кузьма, О.В. Ковальчук // Вісник Вінницького політехнічного інституту. – 2007. – № 4.– С. 48–51.
43. GEA Niro Процессный инжиниринг, ООО. – [Електронний ресурс]. – <http://www.gea-pe.ru/gpru/cmsdoc.nsf/WebDoc/webb7gdb66>.
44. Технологии грануляции компании Glatt. – [Електронний ресурс]. – <http://www.glatt.com>.
45. Аппараты для гранулирования. – [Електронний ресурс]. – <http://www.hosokava.com>
46. Грануляторы и распылительные сушилки. – [Електронний ресурс]. – <http://www.VectorCorp.com>
47. Расчёт оборудования для гранулирования минеральных удобрений / Генералов М.Б., Классен П.В., Степанова А.Р., Шомин И.П. – М.: Машиностроение, 1984. – 192 с.
48. Обезвоживание растворов в кипящем слое / [Каганович Ю.Я., Налимов С.П., Гольцинкер А.Д. и др.]; под ред. Тодеса О.М. – М.: Металлургия, 1973. – 288 с.
49. Козлов М.А. Исследование агломерации аммофоса с селекционированном аппарате кипящего слоя: дисс. ...канд. техн. наук: 05.17.08 / Козлов М.А.– Иваново, 2004. – 118 с.
50. Dunlop D.D., Griffin L.J., Moser J.F. Particle size control in fluid cooling /D.D. Dunlop, L.J. Griffin, J.F. Moser // Chem. Eng. Progr. – 1958. – v.54.– № 8. – P. 39–43.
51. Lee B.S. Kinetics of particle growth in a fluidized cancriner / B.S. Lee, J.J.Chu, A.A. Jonke // AJCHE Journal. – 1962. – V. 8. – № 1. – P. 53–58.

52. Grimmett E.S. Kinetics of particle growth in the fluidized bed calcinations process / E.S. Grimmett // *AICHE Journal*. – 1964. – V. 10. – № 5. – P. 717–722.
53. Шахова Н.А. Кристаллизация плава мочевины в псевдооживленном слое с получением гранулированного продукта / Н.А. Шахова, А.И. Рачкова // *Химическая промышленность*. – 1963. – № 11. – С. 856–859.
54. Шахова Н.А. Математическая модель процесса образования пористых гранул в аппаратах с псевдооживленным слоем / Н.А. Шахова, В.В. Михайлов // *Химическая промышленность*. – 1975 – № 2. – С. 127–129.
55. Шахова Н.А. К расчёту гранулометрического состава двухслойных удобрений, получаемых в псевдооживленном слое / Н.А. Шахова, И.Г. Гришаев // *ТОХТ*. – 1973. – Т.7. – № 5. – С. 781–784.
56. Шахова Н.А. Кинетика гранулообразования при безрeturном процессе в псевдооживленном слое / Н.А. Шахова, Н.М. Рагозина // *Массообменные процессы химической технологии*. – Л.: Химия. – 1967. – №3.– С. 77–79.
57. Шахова Н.А. Кинетика процесса гранулообразования в псевдооживленном слое / Н.А. Шахова // *Химическая промышленность*. – 1967. – № 6.– С. 459–462.
58. Natrantonis H., Goulas A., Kiparissides C. Comprehensive model for the prediction of particle-size distribution in catalyzed olefin polymerization fluidized-bed reactors / H. Natrantonis, A. Goulas, C. Kiparissides // *Chem. Engin. Science*. 1998. – V. 53 – №18. – P. 3251–3267.
59. Кунии Д. Промышленное псевдооживление / Д. Кунии, О. Левеншпиль; пер. с англ. под ред. Слинько М.Г. и Яблонского Г.С. – М.: Химия, 1976.– 448 с.
60. Классен П.В. Гранулирование / Классен П.В., Гришаев И.Г., Шомин И.И. – М.: Химия, 1991. – 240 с.

61. Гельперин Н.И. Основы техники псевдооживления / Гельперин Н.И., Айнштейн В.Г., Кваша В.Б. – М.: Химия, 1967. – 664 с.
62. Шахова Н.А., Рагозина Н.М. Кинетика гранулообразования при безрeturном процессе в псевдооживленном слое. В сб. "Массообменные процессы химической технологии". – Химия, №3, с. 77–79. 1967.
63. Давидсон И. Псевдооживление / Давидсон И., Харрисон Д.; пер. с англ. Айнштейна В. Г., Гельперина Э. Н., Новобратского В.Л. – М.: Химия, 1974. – 728 с.
64. Тодес О. М. Аппараты с кипящим зернистым слоем: Гидравлические и тепловые основы работы / О. М. Тодес, О. Б. Цитович – Л.: Химия, 1981. – 295 с.
65. Франк-Каменецкий Д.А. Диффузия и теплообмен в химической кинетике. Изд. 2-е М., «Наука», 1977. 492 с. с ил.
66. Тодес О.М. Проблемы кинетики и катализа. Е. VII., М., Изд-во АН СССР, 1949. 452 с. с ил.
67. Тодес О.М., Каганович Ю.Я., Себалло В.А. и др. Обезвоживание растворов в кипящем слое. – М.: Металлургия, 1973. – 287с.
68. Randolph A.D. and Larson M.A., 1991, Theory of particulate processes, 2nd edition, Academic Press. New York.
69. Waldie B., Wilkinson D., Zachra L., 1987, Kinetics and mechanisms of growth in batch and continuous fluidized bed granulation, Chem. Eng. Sci., 42, 653–665.
70. Hounslow M.J., Ryall R.L., Marshall V.R., 1988, A discrete population balance model for nucleation, growth and aggregation, AIChE J., 34, 1821–1832.
71. Cryer S.A., 1999, Modeling agglomeration processes in fluid-bed granulation, AIChE J., 45, 2069–2078.

72. Lee K. and Matsoukas T., 2000, Simultaneous coagulation and break-up using constant-N Monte Carlo, *Powder Technol.*, 110, 82–89.
73. Boerefijn R., Buscan M., Hounslow M.J., 2001, Effects of non-ideal powder properties on granulation kinetics, in ‘Fluidization X’ edited by M. Kwauk, J. Li and W.-C. Yang, Engineering Foundation, New York, 629–636.
74. Yates J.G., 1983, *Fundamentals of fluidized bed processes*, Butterworths, London.
75. Davidson J.F., Clift R., Harrison D., 1985, *Fluidization*, Academic press, London.
76. Gidaspow D., Ettehadieh B., Bouillard J., 1985, Hydrodynamics of fluidization: bubbles and gas compositions in the U-gas process, *AIChE. Symp. Series*, 80, 57–64.
77. Simonin O., 1996, ‘Modelling turbulent reactive dispersed two-phase flows in industrial equipments’ in *Proceedings of the ‘Third world conference in applied computational fluid dynamics’* edited by Muller A., Loffler B., Habasi W. Bercovier M., Freiburg, Germany, 17.9.
78. Enwald H., Peirano E., Almstedt A.E., 1996, *Int. J. multiphase flow*, 22, Suppl., 21–66.
79. Kuipers J.A.M. and Van Swaaij W.P.M., 1998, Computational fluid dynamics applied to chemical reaction engineering, *Adv. in Chem. Eng*, 24, 227–328.
80. Goldschmidt M.J.V., Hoomans B.P.B., Kuipers J.A.M., 2000, Recent progress towards hydrodynamic modeling of dense gas-particle flows, *Recent Res. Devel. Chemical Engng*, 4, 273–292.
81. Hoomans B.P.B., Kuipers J.A.M., Briels W.J., Van Swaaij W.P.M., 1996, Discrete particle simulation of bubble and slug formation in a two-dimensional gas-fluidised bed: a hard sphere approach, *Chem. Eng.Sci.*, 51, 99–118.
82. Hoomans B.P.B., Kuipers J.A.M., Van Swaaij W.P.M., 1998a, The influence of particle properties on pressure signals in dense gas-fluidised beds: a

- computer simulation study, World Congress on Particle Technology 3, Brighton, UK.
83. Mathiesen V., 1997, An experimental and computational study of multiphase flow behaviour in circulating fluidised beds, Ph.D. Thesis, Telemark Institute of Technology, Porsgrunn, Norway.
 84. Mathiesen V., Solberg T., Hjertager B.H., 2000, An experimental and computational study of multiphase flow behavior in a circulating fluidized bed, *Int. J. Multiphase Flow*, 26, 387–419.
 85. Rowe P.N., Nienow A.W., Agbim A.J., 1972, The mechanism by which particles segregate in gas fluidised beds - binary systems of near-spherical particles, *Trans. Instn Chem. Engrs*, 50, 310–323.
 86. Rowe P.N. and Nienow A.W., 1976, Particle mixing and segregation in gas fluidised beds. A review, *Powder Technol.*, 15, 141–147.
 87. Hoffmann A.C. and Romp E.J., 1991, Segregation in a fluidised powder of a continuous size distribution, *Powder Technol.*, 66, 119–126.
 88. Wang R.-C. and Chou C.-C., 1995, Particle mixing/segregation in gas-solid fluidized bed of ternary mixtures, *Can. J. Chem. Engng*, 73, 793–799.
 89. Yang W.-C. and Keairns D.L., 1982, Rate of particle separation in a Gas Fluidized Bed, *Ind. Eng. Chem. Fundam.*, 21, 228–235.
 90. Agarwal P.K., Hull A.S., Lim K.S., 1996, Digital image analysis techniques for the study of bubbling fluidized beds in Non-invasive monitoring of multiphase flows edited by Chaouki J., Larachi F. and Dudukovic M.P., 407–454.
 91. Gilbertson M.A. and Eames I., 2001, Segregation patterns in gas-fluidized systems, *J. Fluid. Mech.*, 433, 347–356.
 92. Goldschmidt M.J.V., Kuipers J.A.M., Van Swaaij W.P.M., 2001a, Hydrodynamic modelling of dense gas-fluidised beds using the kinetic theory of granular flow: effect of the coefficient of restitution on bed dynamics, *Chem. Eng.Sci.*, 56, 571–578.

93. Goldschmidt M.J.V., Kuipers J.A.M., Van Swaaij W.P.M., 2001b, Segregation in dense gas-fluidised beds: Validation of a multi-fluid continuum model with non-intrusive digital image analysis measurements, in 'Fluidization X' edited by M. Kwauk, J. Li and W.-C. Yang, Engineering Foundation, New York, 795–802.
94. Корнієнко Я.М. Математичне моделювання безрециклового процесу грануляції у псевдозрідженому шарі. // Наукові вісті НТУУ "КПІ" – 2000. - № 2. – С. 38–41.
95. Корнієнко Я. М. Особливості процесу гранулоутворення органомінеральних добрив у псевдозрідженому шарі – "Вісник НАУ", №3, 2001 – с. 79–84.
96. Корнієнко Я.М. Ефективність процесу утворення багатошарових твердих композитів / Я.М. Корнієнко, Р.В. Сачок // Наукові праці. Одеська національна академія харчових технологій. – №32. – 2008, С. 97–99.
97. Kornienko Y.M. Complex assessment of the efficiency of granulation process in dispersed systems / Y.M. Kornienko, R.V. Sachok // "Chemistry & chemical technology", vol.2, №3. – 2008, С. 217–220;
98. Корнієнко Я.М. Математичне моделювання процесу утворення гуміново-мінеральних композитних добрив. / Я.М. Корнієнко, Р.В. Сачок // Наукові праці. Одеська національна академія харчових технологій. – №35. – 2009, С. 66–69.
99. Kornienko Y.M. Mathematical Modeling of Continuous Formation Of Multilayer Humic-Mineral Solid Composites / Y.M. Kornienko, R.V. Sachok, V.V. Rayda, O.O. Tsepkało // "Chemistry & chemical technology". – vol.3, №4. – 2009, С. 335–338.
100. Корнієнко Я.М. / Визначення температурного поля в дисперсних системах при одержанні кристалічно-аморфних твердих структур // Я.М.

- Корнієнко, П.М. Магазій, К.О. Гатілов, Р.В. Сачок // "Кераміка: наука и жизнь". – №4(6). – 2009, №1(7). – 2010, С. 13–18.
101. Корнієнко Я.М. Моделювання процесу утворення твердих органо-мінеральних композитів / Я.М. Корнієнко, Р.В. Сачок // Наукові праці ОНАХТ. – № 37. – 2010, С. 96–101.
102. Корнієнко Я.М. Моделювання безперервного процесу утворення багатошарових гуміново-мінеральних композитів / Я.М. Корнієнко, Р.В. Сачок // Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження. – №2–(6)–2010, С. 39–44.
103. Taguchi G. Taguchi on Robust Technology Development: Bringing Quality Engineering Upstream, ASME Press, New York. – 1993. – 293 p.
104. Unal. R., Dean E.B. Taguchi Approach to Design Optimization for Quality and Cost //An Overview, *Proc. of the 13th Annual Conf. of the International Society of Parametric Analysts*. – New Orleans, LA, (USA). – 1991. P. 296 – 303.
105. Корнієнко Я.М. Моделювання багатофакторних процесів під час одержання багатошарових гуміново-мінеральних композитів / Я.М. Корнієнко, Р.В. Сачок // Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження. – №1–(7)–2011, С. 21–25.
106. Kornienko Y.M. Modelling of multifactor processes while obtaining multilayer humic-mineral solid composites / Y.M. Kornienko, R.V. Sachok, O.O. Tsepka // *Chemistry*, Vol. 20, Iss. 3 (2011) p E19–E26.
107. Математический аппарат инженера. Сигорский В.П. Изд. 2-е, стереотип. «Техніка», 1977, 768 с.
108. Корнієнко Я.М. Моделювання процесу утворення твердих органо-мінеральних композитів / Я.М. Корнієнко, Р.В. Сачок // Наукові праці ОНАХТ. – №39, том 2. – 2011, С. 31–34.
109. Патент № 45892 У Україна МПК (2009) B02C 19/00 Гранулятор / Корнієнко Я.М., Гатілов К.О., Сачок Р.В. – заявник Корнієнко Я.М.,

- Гатілов К.О., Сачок Р.В. – № у 2009 07354; заявл. 13.07.2009; опубл. 25.11.2009, Бюл. № 22.
110. Патент № 72093 У Україна МПК В05В 3/02 (2006.01) Диспергатор / Я.М. Корнієнко, В.О. Косянчук, О.Д. Михальчук, О.В. Мартинюк, Р.В. Сачок. – заявник Я.М. Корнієнко, В.О. Косянчук, О.Д. Михальчук, О.В. Мартинюк, Р.В. Сачок. - № у 2011 15595; заявл. 29.12.11; опубл. 10.08.2012, Бюл. № 15.
111. Корнієнко Я.М., Заграй Я.М., Буджерак А.І. Засади техногенної безпеки в агропромисловому комплексі України // Наукові вісті НТУУ «КПІ» – 2001. – №3. – С. 129 – 135.
112. Корнієнко Я.М. Оцінка якості гранульованих гуміново-мінеральних добрив / Корнієнко Я.М., Сачок Р.В. // Екологія. Людина. Суспільство : XII міжнар. наук.-практ. конф. студ., аспірантів та молодих вчених (Київ, 13–18 травня, м. Київ, 2008,) зб. тез доп. — К. : НТУУ «КПІ», 2008. — С. 154—155..
113. Корнієнко Я.М. Ефективність процесу утворення багатошарових твердих композитів / Корнієнко Я.М., Сачок Р.В. // Удосконалення процесів та обладнання харчових та хімічних виробництв: V міжнар. конф., (Одеса, 2008, 8–12 вересня) зб. тез. доп. – Одеса, 2008, – С. 97–99.
114. Корнієнко Я.М. Математична модель процесу утворення гуміново-мінеральних твердих композитів / Корнієнко Я.М., Сачок Р.В. // Екологія. Людина. Суспільство : XII міжнар. наук.-практ. конф. студ., аспірантів та молодих вчених (Київ, 13—17 травня 2009 р.) зб. тез доп. — К. : НТУУ «КПІ», 2009. — С. 155—156.
115. Корнієнко Я.М. Математичне моделювання процесу утворення гуміново-мінеральних композитів / Корнієнко Я.М., Сачок Р.В. // Удосконалення процесів та обладнання харчових та хімічних виробництв: VI міжнар. конф., (Одеса, 2009, 9–14 вересня) зб. тез. доп. – Одеса, 2009, – С. 107–111..
116. Корнієнко Я.М. / Оцінка ефективності процесу гранулоутворення гуміново-мінеральних добрив / Корнієнко Я.М., Сачок Р.В.

- //«Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів»: V всеукраїнська науково-практична конференція студентів, аспірантів і молодих вчених (Київ, 4—5 листопада 2009 р.). зб. тез доп. — К.: НТУУ«КП», листопад 2009. С. 62-63.
117. Корнієнко Я.М. Особливості впровадження принципів сталого розвитку / Корнієнко Я.М., Степанюк А.Р., Сачок Р.В. // Науково-технічний розвиток: економіка, технології, управління: XI міжнародна науково-практична конференція (Київ, 21—24 квітня 2010р.) зб. тез доп. — К. : НТУУ «КП», 2010. С.75.
118. Корнієнко Я.М. Узагальнена оцінка якості процесу одержання гуміново-мінеральних твердих композитів / Корнієнко Я.М., Сачок Р.В. // Екологія. Людина. Суспільство : XIII міжнар. наук.-практ. конф. студ., аспірантів та молодих вчених (Київ, 19—23 травня 2010 р.) зб. тез доп. — К. : НТУУ «КП», 2010. — С. 252—254
119. Корнієнко Я.М. Моделювання процесу утворення твердих органо-мінеральних композитів / Корнієнко Я.М., Сачок Р.В. // Удосконалення процесів та обладнання харчових та хімічних виробництв: VII міжнар. конф., (Одеса, 2010, 9–14 вересня) зб. тез. доп. – Одеса, 2010, – С. 96–101.
120. Корнієнко Я.М. Моделювання багатofакторних процесів при одержанні багатofарових гуміново-мінеральних твердих композитів / Корнієнко Я.М., Сачок Р.В. //«Обладнання хімічних виробництв і підприємств будівельних матеріалів»: XIV науково-практична конференція студентів, аспірантів і молодих вчених (Київ, 4—5 листопада 2010 р.). зб. тез доп. — К.: НТУУ«КП», листопад 2010. С. 62–63.
121. Корнієнко Я.М. Моделювання багатofакторних процесів при одержанні багатofарових гуміново-мінеральних твердих композитів / Корнієнко Я.М., Сачок Р.В. // Екологія. Людина. Суспільство : XIV міжнар. наук.-практ. конф. студ., аспірантів та молодих вчених (Київ, 18—22 травня 2011 р.) зб. тез доп. — К. : НТУУ «КП», 2011. — С. 178—180.