

370

Kurzbez.: Aufsprühen von Ammonitratläufe auf in Drehtrommeln
bewegtes Calciumcarbonat bei gleichzeitiger Erwärmung

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT
Pat. Abt. F6/Kx
R 618

Oberhausen-Holten, 5. Juni 1942

7673

Verfahren zur Herstellung von gleichmäßig
gekörntem Kalkammonsalpeter.

Es sind eine Reihe von Vorschlägen gemacht worden, um nicht explosive, nicht backende Düngemittel aus Ammonitrat und kohlen saurem Kalk herzustellen. Nach einem Vorschlag soll kohlen saurer Kalk mit Ammonitratschmelzen vermischt und die Mischung zum Erstarren gebracht werden. Zur Erläuterung dieses Vorschlages wurde ausgeführt, daß zwecks Herstellung eines möglichst homogenen Gemisches eine innige Verrührung des kohlen sauren Kalks in der Ammonitratschmelze erforderlich ist. Es muß hierbei unter Aufrechterhaltung einer Zeitdauer, die eine hinreichend homogene Vermischung der beiden Komponenten gestattet, in einem entsprechend dünnflüssigen Zustand gearbeitet werden, der wiederum besondere Maßnahmen für das Erstarren der Masse erforderlich macht.

Nach einem anderen Vorschlag sollen gleichmäßig gekörnte ammonitrat haltige Mischdünger unter Anwendung eines Bestandteils, insbesondere des Ammonitrats, in flüssigem Zustand dadurch erhalten werden, daß man den flüssigen Bestandteil mittels einer mit Öffnungen versehenen Rinne in feinverteilte Form bringt und die Flüssigkeitsteilchen, vorzugsweise als gleichmäßige Tropfen, von dem bzw. den in feinverteiltem festem Zustande vorliegenden anderen Bestandteilen in einer Vorrichtung aufnehmen läßt, in der das Gut, zweckmäßig ständig, aufgelockert und fortbewegt wird, vorzugsweise in einem unter der Rinne angeordneten länglichen Trog, in dem eine Rühr- und Förderwelle gelagert ist. Die Ausführung dieses Vorschlages ist an eine Arbeitsweise gebunden, bei der eine gleichmäßige Fortbewegung der in feinverteilte Form gebrachten ~~festen~~ Substanz unter ständiger Umwälzung durch eine Hilfsvorrichtung erfolgt. Hierfür wird die in flüssiger Form angewandte Komponente ununterbrochen aus einer großen Zahl von Öffnungen aus einer Rinne in feinverteilter Form mit den festen Komponenten vermischt.

Weiter wurde vorgeschlagen, die Herstellung von gekörnten aus Ammonitrat und Calciumcarbonat bestehenden Düngemitteln in der Weise durchzuführen, daß eine aus Ammonitrat

und Calciumcarbonat bestehende Mischung, gegebenenfalls unter Anwesenheit von Feuchtigkeit, unter ständiger Bewegung solange erwärmt wird, bis ein Zusammenballen von Ammonnitrat und Calciumcarbonat stattgefunden hat. Dieses Verfahren beschränkt sich auf die Verwendung trockener bzw. nur einen sehr geringen Wassergehalt aufweisender Mischungen. Dementsprechend soll eine trockene Mischung bei ca. 130° gekörnt werden, während die Körnung einer Mischung mit einem Wassergehalt von 1 bis 20 bereits bei ca. 100° durchgeführt werden kann. Bei diesem Verfahren findet also die Eigenschaft des Ammonnitrats Anwendung, bei höheren Temperaturen, besonders in Gegenwart geringer Wassermengen, zu erweichen und auf diese Weise eine weitgehende Mischung mit festen feinverteilten Substanzen zu ermöglichen. Für die Durchführung des Verfahrens ist auch die Benutzung von Drehtrommeln in Vorschlag gebracht.

Die Verwendung von Drehtrommeln unter gleichzeitigem Erhitzen wurde übrigens auch für die Herstellung von gekörntem, staubfreiem Kalksalpeter aus zerkleinertem Salz vorgesehen. In diesem Falle geschieht die Körnung unter Zusammentritt der oberflächlich erweichten Staubteilchen, wobei zur Unterstützung der Körnung in Gegenwart von Feuchtigkeit gearbeitet werden kann. Auch hier wird Wasser in jedem Fall nur in geringen Mengen angewandt.

Es wurde nun erkannt, daß besondere Vorteile in der Herstellung von gleichmäßig gekörntem Kalkammonsalpeter erhalten werden, wenn Lösungen von Ammonnitrat mit einem Wassergehalt, der nicht unter ca. 12 % herabgeht, und einer Temperatur von nicht unter ca. 100° in Form von dünnen Strahlen auf in Drehtrommeln bewegtes Kalksteinmehl bzw. feinst verteiltes Calciumcarbonat anderer Herkunft aufgespritzt werden, wobei die Wasserverdampfung durch gleichzeitige gelinde Erwärmung der Drehtrommel unterstützt wird, die nicht über ca. 100, zweckmäßig 75 bis 80° , hinausgeht.

Durch Anwendung des Verfahrens gelingt die Herstellung eines gleichmäßig gekörnten Kalkammonsalpeters aus den Komponenten in so hoher Ausbeute, wie sie durch die bisher bekannten Verfahren auch nicht annähernd erreicht wird. Nach dem mitgegebenen Beispiel beträgt der Anteil des Produktes von einer Korngröße über 5 mm und unter 0,77 mm weniger als 4 %.

Die erhaltenen Produkte sind vollkommen trocken und fallen in einer Form an, die außerordentlich griffig und hervorragend lagerfähig und streubar ist. Ein besonderer Vorteil ist die Herstellung mit einfachsten apparativen Mitteln, die größte Durchsätze unter geringster Überwachung ermöglicht.

Das Fortschrittliche des Verfahrens ist darin zu sehen, daß die Herstellung des gekörnten Kalkammonsalpeters unter Verwendung von Ammonitratlösungen mit verhältnismäßig hohem Wassergehalt erfolgt. Völlig neuartig ist, daß die Herstellung der gleichmäßigen Körnung im Gegensatz zu den bisherigen Körnungsverfahren unter andauernder Zerstörung der zunächst gebildeten Form erfolgt. Die beim Zusammentreten von Kalksteinmehl und Ammonitratlösung gebildeten lockeren Kugeln werden ständig wieder zerdrückt. Diese ständig wiederkehrende Zerstörung der Form erfolgt wiederum bei Temperaturerhöhung. Die Bildung des überraschend hohen Prozentsatzes an gleichmäßig gekörntem Produkt ist durch die neuartige Wirkungsweise des erfindungsgemäßen Verfahrens bedingt, in der die endgültige Formgebung erst nach häufig wiederholter Zerstörung der anfänglich immer von neuem gebildeten lockeren Kugeln geschieht. Sie steht damit in ausgesprochenem Gegensatz zu sämtlichen bisher bekannten Körnungsverfahren, bei denen in der Weise gearbeitet wird, daß die einmal gebildeten Kügelchen nach Möglichkeit erhalten bleiben und gewissermaßen als Kristallisationskern für die endgültige Formgebung dienen. Gegenüber den Verfahren, nach denen Mischungen unter Eintragung von Kalksteinmehl in Ammonitrat schmelzen und innigem Verrühren der Mischungen gebildet werden, besteht der wesentliche Vorteil, daß der schmelzflüssige Zustand des Ammonitrats fast unmittelbar nach Auftreffen der Ammonitratlösung auf das Kalksteinmehl durch sofortige Verdampfung des Lösungswassers aufgehoben wird, so daß die Gefahr der Ausbildung eines bei der Lagerung Ammoniak und Kohlensäure abgebenden Produktes ausgeschlossen wird.

Die Durchführung der erfindungsgemäßen Arbeitsweise wird durch das nachstehende Beispiel erläutert. Die Bestimmung des Abriebs des erhaltenen Produktes ergibt eine bisher nicht gekannte Lagerfestigkeit.

Ausführungsbeispiel.

In eine schmiedeeiserne Trommel von 450 mm l.W. und 500mm Länge werden 2 kg staubfreies Kalksteinmehl gegeben. In

die Trommel, die ca. 20 Umdrehungen je Minute macht, spritzt man eine ca. 135° heiße Lösung von Ammonnitrat in Form eines dünnen Strahles gut verteilt ein. Die Lösung enthält 1300 g Ammonnitrat und 190 g Wasser, ist also ca. 12,5 %ig.

Unter der Trommel befindet sich ein Eisenrohr mit Brennerdrüsen zum Beheizen der Trommel. Zu Beginn der Operation bringt man das Kalksteinmehl auf ca. 50°. Sobald die erste Lauge Zutritt, bilden sich lockere Kugeln, die ständig wieder zerdrückt werden. Man steigert allmählich die Temperatur des Trommelinhaltes auf 75 bis 80°, wobei immer wieder die Kugeln zerdrückt werden, und setzt insgesamt etwa 3 Liter Lauge zu. Diese Operation dauert knapp 2 Stunden.

Siebanalyse und N-Bestimmung einer derart hergestellten Mischung ergaben beispielsweise folgendes.

Korngröße mm	g	proz. Anteil	Analyse	
			% H ₂ O	% N
über 5	23	0,5	-	21,6
4 - 5	51	1,0	0,58	20,8
3 - 4	1300	26,9	0,62	20,2
2 - 3	1865	38,6	0,66	21,1
0,77 - 2	1439	29,8	0,66	20,9
unter 0,77	154	3,2	0,48	21,1
	<u>4832</u>	<u>100,0</u>		

Durchschnittsanalyse: errechnet 0,64 % H₂O 20,8 % N
 gefunden 0,62 % H₂O 21,3 % N

Die Fraktion unter 0,77 mm ϕ besteht keineswegs aus Staub; die Körnchen sind alle rund wie allerfeinster Schrot.

Bestimmung des Abriebs von Kalkammonsalpeter-Granulat.

2600 g des Gesamtproduktes wurden in die Granuliertrommel gebracht und diese 24 Stunden lang laufen gelassen. Durch Aussieben wurden dabei 9 g unter 0,77 mm gefunden. Auch diese 9 g staubten keineswegs, es sind wieder kleine Kügelchen. Die Hauptmasse des Erzeugnisses - 2591 - zeigt eine merkwürdige Politur, so daß man zunächst den Eindruck hat, es wäre feucht; in Wirklichkeit ist es aber vollkommen trocken.

Das für die Vermischung mit Ammonnitratlösung benutzte Kalksteinmehl oder Calciumcarbonat anderer Herkunft kann mit oder ohne Zusätze angewandt werden. Als Zusätze können andere Carbonate, wie z.B. Magnesiumcarbonat, und/oder inerte und die Verteilung bzw. Auflockerung oder Formgebung begünstigende Zusätze wie Kieselgur, Tonerde, Kesselasche oder dergl. in beliebigen Mengen dienen.

Patentansprüche

1.) Verfahren zur Herstellung von gleichmäßig gekörntem Kalkammonsalpeter durch Vermischen von Ammonnitratlauge mit staubförmigen Calciumcarbonat, das gegebenenfalls beliebige Zusätze, wie Magnesiumcarbonat, Kieselgur, Tonerde, Kesselasche oder dergl. enthalten kann, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß Ammonnitratlauge, deren Wassergehalt nicht unter ca. 12 % herabgeht und die eine Temperatur von nicht unter ca. 100° aufweisen, in Form von dünnen Strahlen auf in Drehtrommeln bewegtes Kalksteinmehl aufgespritzt werden, wobei die Wasserverdampfung durch gleichzeitige gelinde Erwärmung der Drehtrommel unterstützt wird, die nicht über ca. 100°, zweckmässig 75 bis 80° hinausgeht.

2.) Verfahren nach Anspruch 1, d a d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , daß die Temperatur des Trommelinhaltes zunächst auf ca. 50° gehalten und allmählich auf 75 bis 80° gesteigert wird.