



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

227957

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³

C 01 B 21/22

(22) Přihlášeno 10 05 82
(21) (PV 3362-82)

(40) Zveřejněno 15 09 83

(45) Vydáno 15 04 86

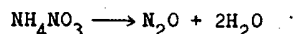
(75)
Autor vynálezu

BŘEZINA JAROSLAV ing., PĚGRIMOČ BOHUSLAV ing., ŽÍDEK RUDOLF ing.,
OSTRAVA

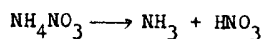
(54) Způsob výroby kysličníku dusného

Vynález se týká postupu kontinuální výroby kysličníku dusného kvantitativním tepelným rozkladem dusičnanu amonného za ustáleného tepelného režimu v rozkladné retortě.

Průběh tepelného rozkladu dusičnanu amonného je ovlivňován čistotou suroviny, konstrukcí reaktoru a způsobem vedení rozkladu. Tepelným rozkladem dusičnanu amonného vzniká kysličník dusný podle této hlavní reakce:



Z termodynamického rozboru vyplynulo, že tato reakce může probíhat samovolně až do teploty 324 °C. Pokládáme-li teplotu 220 °C za počátek rozkladu dusičnanu amonného, pak hlavní chemická reakce může probíhat v teplotním intervalu 220 až 324 °C. Vedle této hlavní chemické reakce mohou probíhat ještě nežádané vedlejší reakce za vzniku elementárního dusíku, kyslíku, vyšších kysličníků dusíku a reakční vody. Tyto vedlejší chemické reakce probíhající při tepelném rozkladu dusičnanu amonného se vyznačují větším tepelným zaberáním, než hlavní chemická reakce a tím, že mohou probíhat při jakékoli vyšší teplotě než 220 °C. Vedle těchto reakcí dochází v tavenině dusičnanu amonného k disociaci, podle chemické rovnice.



Disociace má za následek výskyt volné kyseliny dusičné v tavenině dusičnanu amonného, která svým katalytickým účinkem vede tepelný rozklad dusičnanu amonného nežádoucím směrem. Bylo ověřeno, že dojde-li při tepelném rozkladu dusičnanu amonného k převaze vedlejších reakcí za vývoje vyšších kysličníků dusíku, což je doprovázeno náhlým vzrůstem reakční teploty, pak ani dostatečným snížením teploty nelze tepelný rozklad stabilizovat ve prospěch

227957

hlavní chemické reakce. Výše uvedené nedostatky nemá způsob kysličníku dusného kvantitativním termickým rozkladem kontinuálně dávkovaného dusičnanu amonného o teplotě odpovídající koncentraci, jehož podstata spočívá v tom, že se tavenina o koncentraci minimálně 90 % hmotnosti a pH 7 až 9 vstříkuje do zóny vyhřáté na teplotu 220 až 324 °C, s výhodou 250 až 290 °C.

Aby se vznik kyseliny dusičné v tavenině dusičnanu amonného potlačil, je nutné, aby se tavenina co nejrychleji vyhřála na teplotu rozkladu, po předchozí úpravě pH na 7 až 9 amoniakem. Toto lze zjistit dávkováním taveniny dusičnanu amonného o pH 7 až 9 přímo do místa v rozkladné retortě o teplotě 220 až 324 °C, s výhodou 250 až 290 °C, což je umožněno konstrukcí rozkladné retorty a použitím dávkovacího čerpadla. Nepříznivý vliv nečistot přítomných v dusičnanu amonném, zejména vliv železitých iontů je omezen přidáváním malých množství fosforečnanových iontů.

Jak bylo řečeno, je důležité, jakým způsobem se tavenina dusičnanu amonného dostane na teplotu rozkladu, aniž by tím, vznikly nepříznivé podmínky, vedoucí rozklad nežádoucím směrem. Proto některé postupy, NSR patent 1921181 nebo US patent 3411883, vedou rozklad dusičnanu amonného ve vodném roztoku nebo v tavenině některých solí. Podle jiného způsobu, se provádí rozklad dusičnanu amonného za přítomnosti katalytického účinku chloridových iontů.

Další postup výroby kysličníku dusného (Chem. and. Ind. 1964, 49, 2 019 až 2 020) tepelným rozkladem dusičnanu amonného se provádí za přítomnosti katalyzátorů, jakým je pyrofosforečnan barnatý, trinitriminofosfát apod. Novější postup (čs. patent 204 016) spočívá v tom, že se kysličník dusný vyrábí tepelným rozkladem dusičnanu amonného ve vícesložkových roztocích, kdy se jeden díl dusičnanu amonného zahřívá alespoň s pěti díly vícesložkové směsi, která obsahuje minerální kyseliny nebo její soli, kysličník boritý a sůl použité minerální kyseliny, přičemž se reakční směs musí v reaktoru míchat.

Postup kontinuální výroby kysličníku dusného kvantitativním tepelným rozkladem dusičnanu amonného podle vynálezu za ustáleného teplotního režimu v rozkladné retortě se vyznačuje jednoduchostí možností rozklad regulovat a bezpečným provozem.

P ř í k l a d

206,42 kg.l⁻¹ vodného roztoku dusičnanu amonného o koncentraci 76,21 % hmotnosti se vede na odparku, kde dochází ke zvýšení koncentrace na 96,76 % hmotnosti; takto vzniklá tavenina se amoniakem upraví na pH 8 a při teplotě 170 °C se zavádí pomocí pístového čerpadla do rozkladné retorty. V retortě dochází ke kvantitativnímu termickému rozkladu dusičnanu amonného za vzniku plynné směsi a objemovém složení (vztaženo na suchý plyn): 97,40 % N₂O, 0,27 % NO, 0,17 % NO₂, 1,07 % N₂, 1,07 % NH₃ a 0,02 % O₂.

Plynná směs z retorty o teplotě 200 °C se ochladí průchodem přes chladič, kde dochází k oddělení převážného množství reakční vody, vstupuje do systému sériově zapojených absorpčních kolon s absorpčními roztoky manganistanem draselným, louhem sodným a vodou, kde dochází k oddělení vyšších kysličníků dusíku a amoniaku. Takto vypraná plynná směs o objemovém složení (vztaženo na suchý plyn): 97,94 % N₂O, 1,85 % N₂, 0,20 % O₂, 0,01 % NH₃, vstupuje přes odlučovače na středotlaký kompresor, pak na molekulová síta (kde dojde k oddělení posledních zbytků nečistot a vody) a na vysokotlaký kompresor, ze kterého vystupuje praktický hotový produkt o objemovém složení 97,95 % N₂O, 1,85 % N₂ a 0,20 % O₂, který je shromažďován v zásobnících při teplotě 25 °C a tlaku 6,4 MPa. Ze zásobníků je odebírána kapalná fáze pro plnění tlakových lahví.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob výroby kysličníku dusného kvantitativním termickým rozkladem kontinuálně dávkované taveniny dusičnanu amonného o teplotě odpovídající koncentraci, vyznačující se tím, že tavenina o koncentraci minimálně 90 % hmotnosti a pH 7 až 9 se vstřikuje do zóny vyhřáté na teplotu 220 až 324 °C, s výhodou 250 až 290 °C.