

Warszawa, dnia 6 lutego 1950¹

URZĄD PATENTOWY



CO1c 1/18



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 33996

Tadeusz Hobler
(Gliwice, Polska)

Kl. 12 k, 6

12 k, 1/18

Sposób wytwarzania azotanu amonu i urządzenie do wykonywania tego sposobu

Zgłoszono 27 czerwca 1938 r.

Udzielono 14 stycznia 1950 r.

W patencie nr 18696 opisano sposób wytwarzania azotanu amonu, dający duże korzyści przede wszystkim w tych przypadkach, gdy przeobraża się kwas azotowy o stosunkowo słabym stężeniu, poniżej 50%. Wtedy całe będące do dyspozycji ciepło, złożone z ciepła reakcji i z ciepła rekuperowanego, można celowo wyzyskać na podniesienie stężenia roztworu wytwarzanego azotanu amonu.

Przy wyższym stężeniu kwasu wyjściowego, np. 60%, i przy zużyciu całkowitej ilości ciepła, będącego do dyspozycji, otrzymuje się tak wysokie stężenie krążącego w obiegu roztworu azotanu, że proces, opisany w patencie nr 18696, napotyka na duże trudności. Okazało się, że już po przekroczeniu stężenia roztworu azotanu, wynoszącego 80%, praca aparatury staje się utrudniona. Stężeniu bowiem roztworu azotanu 80% odpowiada temperatura nasycenia 58°C; żeby zatem uniknąć wykrystalizowywania soli z roztworu i zatykania aparatury, trzeba utrzymać roztwór azotanu w całym ciągu prze-

róbki w temperaturze wyższej od temperatury nasycenia, np. w temperaturze 70°C. Przy stężeniach jeszcze wyższych niż 80% konieczne temperatury są jeszcze wyższe, co równolegle z mniejszą zawartością wody w roztworze utrudnia absorpcję NH_3 w absorberze. Praktycznie stężenie 80% okazało się granicznym i powyżej niego praca aparatury staje się utrudniona. W przypadkach zatem, gdy kwas wyjściowy jest mocniejszy niż 50%, możliwe jest przy użyciu aparatury według patentu nr 18696 wyzyskiwanie tylko części ciepła, by nie przekroczyć stężenia 80%.

Celem niniejszego wynalazku jest usunięcie opisanej niedogodności i takie udoskonalenie sposobu według patentu nr 18696, aby w przypadkach przeróbki mocniejszego kwasu, moc ciepła, będące do dyspozycji, wyzyskać całkowicie do stężenia roztworu azotanu amonu.

Sposób według wynalazku opiera się na spostrzeżeniu, że przy dodawaniu kwasu poza pompą cyrkulacyjną można dojść do temperatury

140°C bez objawów dymienia azotanu. Tłumaczy się to zjawisko tym, że hydrostatyczne ciśnienie cieczy poza pompą wystarcza, aby powstrzymać parowanie HNO_3 i wydzielanie się gazowego NH_3 z roztworu. Fakt, że ciśnienie przeciwdziała wytwarzaniu się dymów azotanu jest zresztą znany.

Istnieją nawet sposoby wytwarzania azotanu amonu, polegające na tym, że całe zobojętnienie przeprowadza się pod ciśnieniem, które jest wyższe od ciśnienia par nad HNO_3 odpowiadającego temperaturze, która wytwarza się przy zobojętnianiu, przez co przeciwdziała się dymieniu kwasu. Sposoby te pozwalają podnieść temperaturę zobojętniania, co ma zasadnicze znaczenie dla rekuperacji ciepła reakcji. Jeżeli bowiem ciepło zobojętniania ma być wykorzystane na odparowanie roztworu, konieczna jest pewna różnica między temperaturą zobojętniania a temperaturą jego odparowywania przy równoczesnym rozdzieleniu obu procesów. Różnica ta jest niezbędna dla ruchu ciepła od roztworu zobojętnianego do roztworu odparowywanego. Jeżeli np. produkuje się roztwór azotanu o stężeniu 93%, który wrze w temperaturze 155°C, to temperatura reakcji musi wynosić przynajmniej 170°C, aby ciepło można było przeprowadzić od roztworu reagującego do roztworu odparowywanego. Aby umożliwić zobojętnianie w temperaturze 170°C bez dymienia, wprowadza się we wspomnianym sposobie tak NH_3 jak i HNO_3 do reaktora pod ciśnieniem 5 atm.

W odróżnieniu od tych znanych sposobów, sposób według wynalazku wykonuje się w temperaturze o wiele niższej, wynoszącej mniej więcej 100 — 140°C. Temperatura np. 140°C wymaga już tylko ciśnienia 2,2 ata = 1,2 atm w rurociągu tuż za pompą. Ciśnienie to bez specjalnych zmian konstrukcyjnych jest w tym miejscu aparatury według patentu nr 18696 zapewnione. Przy wysokości kolumny zobojętniającej około 10 m, przy ciężarze właściwym roztworu $\gamma = 1,3685$, ciśnienie hydrostatyczne wynosi 10 m $\gamma = 1,3685 \cdot 10 = 13,685$ m $H_2O = 1,368$ atm.

Opory przepływu zwiększają jeszcze powyższe ciśnienie. W odróżnieniu od innych opisanych znanych sposobów ciśnienie występuje tu tylko w jednym punkcie obiegu, a mianowicie w punkcie, w którym zachodzi reakcja zobojętniania $NH_4OH + HNO_3$, podczas, gdy pierwsza część reakcji $NH_3 + H_2O = NH_4OH$ przebiega pod ciśnieniem atmosferycznym. Ponadto w sposobie, będącym przedmiotem wynalazku nie przeprowadza się wytworzonego w reakcji ciepła pośrednio przez powierzchnię ogrzewalną w całości do roztworu końcowego w celu jego odparowania, lecz więk-

szą część ciepła zużytkowuje się bezpośrednio w kolumnie neutralizacyjnej bezprzeponowo na stężenie wstępne roztworu do 80%, a tylko nadmiar ciepła zużywa się na odparowanie roztworu w odparowywaczu przeponowym do stężenia ponad 80%.

Wreszcie w odróżnieniu od innych znanych sposobów spadek temperatury między roztworem reagującym a roztworem stężanym uzyskuje się z jednej strony dzięki ciśnieniu hydrostatycznemu, panującemu w rurociągu poza pompą, a z drugiej strony wskutek wdmuchiwania powietrza do odparowywacza, co pozwala odparowywać roztwór w temperaturze niższej niż jego temperatura wrzenia pod ciśnieniem atmosferycznym.

Wymienione różnice między sposobem według wynalazku a sposobami dawnymi są powodem poważnych korzyści. Jak wiadomo, ogrzewanie roztworu NH_4NO_3 powoduje częściowy rozkład azotanu. Rozkład ten jest funkcją czasu i temperatury. Jeżeli w temperaturze 170°C rozkłada się w godzinie około 2% azotanu, to w temperaturze 140°C zaledwie 0,4%. Przez skrócenie czasu, w jakim działa podwyższona temperatura, obniża się jeszcze dalej stratę, powodowaną przez rozkład. Prowadzenie pierwszej części reakcji $NH_3 + H_2O = NH_4OH$ bez ciśnienia pozwala uniknąć kompresji NH_3 , co z jednej strony daje oszczędność na energii, z drugiej zaś wyklucza możliwość dostania się smarów z urządzenia sprężającego do roztworu azotanu. Jak wiadomo, obecność oleju w azotanie amonowym może prowadzić do eksplozji i specjalna ostrożność jest w tym przypadku szczególnie wskazana. Odparowywanie większej części wody, zawartej w roztworze, bezpośrednio w kolumnie zobojętniającej w sposób bezprzeponowy zmniejsza koszty aparatury. Jeżeli np. wyjść z kwasu 56% i podać roztwór azotanu stężaniu wstępnemu do 80% w kolumnie, to odparuje się w niej około 367,3 kg wody na jedną tonę NH_4NO_3 , a tylko 160 kg wody pozostanie do odparowania w odparowywaczu przy użyciu powierzchni ogrzewalnej, aby podnieść stężenie roztworu do 92%. Przy innych znanych sposobach trzeba by przeprowadzić przez powierzchnię ogrzewalną całkowite ciepło, potrzebne do odparowania 527,5 kg wody na jedną tonę NH_4NO_3 .

Na rysunku przedstawiono schematycznie przykład urządzenia do wykonywania sposobu według wynalazku.

Roztwór azotanu amonu przepływa w ciągłym obiegu przez pochłaniacz 1, pompę cyrkulacyjną 2, odparowywacz 3, rozpylacz 4, odparowywacz wstępny 5, syfon rurowy 6 oraz rozpylacz 7.

Roztwór azotanu amonu, cyrkulujący w obie-

gu zamkniętym dzięki pompie 2, nasycą się w pochłaniaczu 1 amoniakiem doprowadzanym przewodem 32. Amoniakalny roztwór azotanu amonu spływa do pompy 2. Tuż za pompą 2 dodaje się kwasu azotowego przewodem 28. Kwas azotowy dopływa z wysoko ustawionego zbiornika 26 przewodem 39 przez węzownicę 27, w której podgrzewa się oparami z kolumny, wreszcie przewodem 28. Amoniakalny roztwór azotanu, podgrzany już uprzednio ciepłem absorpcji amoniaku, podgrzewa się przy zobojętnianiu kwasem dalej do temperatury 120-140°C. Roztwór, lekko przekwaszony HNO_3 , płynie przewodem po przez przestrzeń 3 odparowywacza 20 i dalej przewodem 40 do rozpylacza cieczy 4 i zrasza wypełnienie odparowywacza 5 w górnej części kolumny. Powietrze wdmuchiwane wentylatorem 8 i przewodem 38 ochładza roztwór z równoczesnym odparowywaniem części zawartej w nim wody. Syfonem 6 roztwór spływa do rozpylacza cieczy 7 i zrasza wypełnienie absorbera 1, gdzie rozpoczyna się nowy cykl przebiegu.

Przez zmieszanie części roztworu przekwaszonego odprowadzanego przewodem 12 i zaworem 13 z roztworem amoniakalnym, odpływającym przewodem 9, otrzymuje się roztwór dokładnie obojętny. Powietrze ogrzane i nasyczone parą w odparowywaczu 5 oddziela się od kropeł we filtrze 31. Ciepło, w nim zawarte, wykorzystuje się częściowo na podgrzanie kwasu w węzownicy 27. Skropliny odpływają syfonem 29, a opary uchodzą w atmosferę przez górny wylot kolumny.

Za pompą 2 włączony jest w obieg roztworu azotanu odparowywacz 20 o podwójnych ściankach w celu wytworzenia między nimi pustej przestrzeni 3, przez którą przepływa roztwór azotanu podgrzany np. do 120°C przez dodanie kwasu i ochładza się np. do 100°C. Odparowywacz 20 połączony jest za pomocą przewodu 33 z wentylatorem powietrznym 8.

Odprowadzenie ciepła następuje przez ściankę wewnętrzną zlewaną od strony wewnętrznej około 80% roztworem, który przez syfon 10, 11 zbiornik 14, 15, pompę 16, wentyl pływakowy 17, regulujący działanie pompy 16 w ten sposób, aby poziom cieczy w zbiorniku 15 był stały, i przewód 18 doprowadza się do zbiornika zraszającego 19, umieszczonego na odparowywaczu 20. Ze zbiornika zraszającego 19 roztwór przedostaje się przez ząbkowaną krawędź ścianki odparowywacza 20 i spływa cienką warstwą po wewnętrznej stronie ścianki w dół. Na drodze tej roztwór podgrzewa się ciepłem roztworu, przechodzącego przez przestrzeń 3, i ulega stężeniu. Powietrze nasyczone parą odpływa do filtra 31, a powietrze, doprowadzane od dołu z wentylatora 8

przewodem 33, unosi wyparowującą z niego parę wodną. Roztwór stężony do 92—96% (zależnie od stężenia użytego kwasu), spływa na dno odparowywacza 20, skąd przewodem 21 przechodzi do ogrzewanego zbiornika 22.

Dolna część odparowywacza 20 może być ogrzewana parą świeżą, by w chwili rozruchu czy spadku stężenia kwasu, czy wreszcie zbyt dużych strat ciepła uzupełnić niedobór ciepła ogrzewaniem parowym. Parę świeżą doprowadza się do przestrzeni 23 odparowywacza 20 i przestrzeni 24 zbiornika 22 o podwójnych ściankach. Skropliny odpływają przez zbiornik 25. Zbiornik trójdzielny 14, 15 służy do kontroli obojętności roztworu azotanu. Przelew ruchomy 11 syfonu 10, 11 przerzuca się raz do jednej działki zbiornika, raz do drugiej (fig. 2), przy czym zawartość działki w danej chwili niezasilanej, można analitycznie skontrolować i w razie potrzeby zobojętnić. Do regulacji równomiernego zasilania odparowywacza służy zawór pływakowy 17, otwierany lub zamykany przy pomocy pływaka, utrzymujący stały poziom cieczy w zbiorniku 15.

Powierzchnia wymiany ciepła odparowywacza 20, przedstawiona jako cylinder, może być ukształtowana dowolnie, np. jako pęk rurek, węzownica, pęk płyt itd.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania azotanu amonu za pomocą zobojętniania kwasu azotowego amoniakiem przy równoczesnym wykorzystywaniu ciepła reakcji do stężenia otrzymanego roztworu azotanu amonu, w którym powietrze przedmucha się przez krążący w obiegu roztwór, ogrzany ciepłem rozpuszczania i zobojętniania amoniaku w rozmaitych miejscach obiegu, znamieny tym, że kwas azotowy wprowadza się w tym miejscu obiegu, gdzie panuje największe ciśnienie hydrostatyczne.
2. Urządzenie do wykonywania sposobu według zastrz. 1, składające się z pochłaniacza amoniaku (1) i odparowywacza roztworu azotanu amonu (5), które stanowią jedną kolumnę, oraz pompy cyrkulacyjnej (2), znamienne tym, że między wymienioną kolumną i pompą cyrkulacyjną (2) znajduje się drugi odparowywacz (20), ogrzewany przeponowo przepływającym przez płaszcz (3) ciepłym roztworem azotanu amonu, do którego wnętrza wprowadza się od góry stężony roztwór azotanu amonu, a od dołu powietrze.

Tadeusz Hobler
Zastępca: Inż. W. Suchowiak
rzecznik patentowy

Fig. 1.

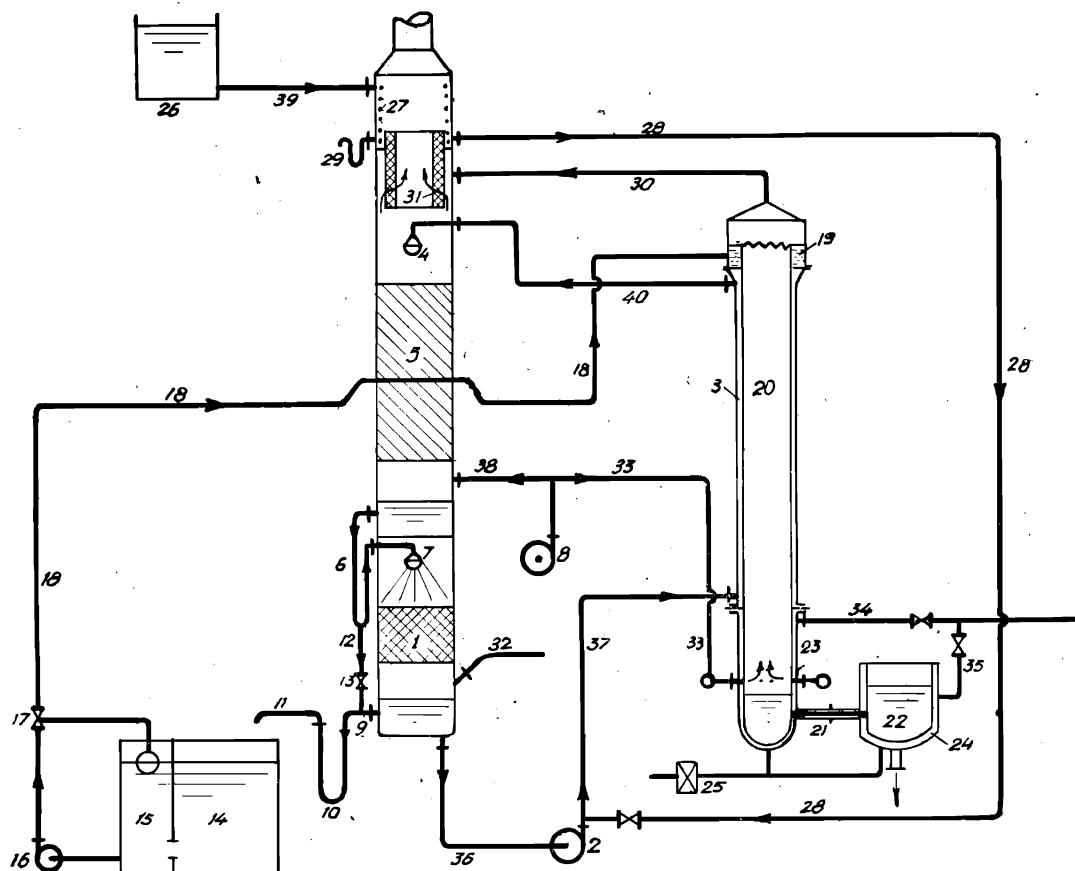
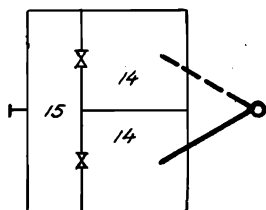


Fig. 2.



BIBLIOTHEKA
Urzedu Patentowego
Warszawa, Polska