

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

OPIS PATENTOWY

61493

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 23.XI.1966 (P 117 523)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 30.XI.1970

Kl. 78 c, 19/06

MKP C 06 b, 19/06

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Współtwórcy wynalazku: Wiesław Kutkiewicz, Jędrzej Kowalski

Właściciel patentu: Biuro Projektów Przemysłu Organicznego
i Tworzyw Sztucznych „Proerg”, Warszawa (Polska)

Sposób stabilizowania nitrogliceryny lub innych ciekłych estrów kwasu azotowego

1

Wynalazek dotyczy sposobu stabilizowania nitrogliceryny lub innych ciekłych estrów kwasu azotowego.

Nitrogliceryna po wydzieleniu z mieszaniny ponitracyjnej zawiera około 10% zaabsorbowanych kwasów i innych zanieczyszczeń. Staranne usunięcie tych substancji jest niezbędne, aby nadać nitroglicerynie trwałość. Operację tę, zwaną stabilizacją nitrogliceryny, przeprowadza się na drodze kilkakrotnego przemycania surowego produktu wodą lub niskoprocentowymi roztworami sody lub wody amoniakalnej. Szybkość operacji zależy od temperatury roztworów i związanych z nią lepkości i napięcia powierzchniowego nitrogliceryny, szybkości dyfuzji zanieczyszczeń i szybkości ich rozpuszczania w wodzie oraz od czynników mechanicznych takich, jak mieszanie układu dwufazowego, rozproszenie faz itp.

Dotychczas stosuje się następujące sposoby stabilizacji nitrogliceryny:

Sposób według metody Schmida-Meissnera polegający na tym, że surową nitroglicerynę podaje się za pomocą iniektorów wodnych do trzech kolumn wymywających, wyposażonych w perforowane przegrody. W pierwszej kolumnie wodną emulsję nitrogliceryny myje się wodą, w drugiej roztworem sody, a w trzeciej wodą ciepłą, przy czym układy dwufazowe mieszają się za pomocą sprężonego powietrza. Po każdej operacji przemycania w kolumnie, nitroglicerynę oddziela się od wody

2

lub roztworów płuczających w separatorach grawitacyjnych. W metodzie tej całkowita ilość nitrogliceryny znajdująca się w instalacji wynosi około 200 kg.

W metodzie Biazzi surową nitroglicerynę po oddzieleniu od ponitracyjnego kwasu, poddaje się stabilizowaniu na drodze mieszania jej z wodą i wodnym roztworem sody w zbiornikach wyposażonych w mechaniczne mieszadła.

Oddzielenie produktu od roztworów płuczających prowadzi się w separatorach posiadających kształt płaskich naczyń cylindrycznych o dużej średnicy. Również i w tej metodzie w instalacji do stabilizowania znajduje się 200—300 kg wolnej nitrogliceryny.

W najnowszej iniektorowej metodzie estyfikowania gliceryny (według Nitrogliceryn Aktiebolaget — Gytterp), nitrogliceryna, po oddzieleniu za pomocą wirówki de Laval od kwasów ponitracyjnych, jest poddawana stabilizowaniu w taki sam sposób, jak w metodzie Schmida — Meissnera. Mimo że metoda ta wprowadziła istotny postęp do procesu estyfikowania oraz operacji oddzielania nitrogliceryny od kwasów ponitracyjnych, ponieważ zmniejszyła ilość nitrogliceryny w iniektorze do 0,7 kg w formie emulsji oraz w wirówce do 3—5 kg w postaci wolnej, to jednak pozostawiła bez zmian operację stabilizowania. W instalacji do stabilizowania znajduje się bowiem około 400 kg wolnej nitrogliceryny, co stanowi poważne potencjalne zagrożenie bezpieczeństwa produkcji.

W podanych wyżej metodach stosuje się wprawdzie operację rozpraszania nitrogliceryny lub innych ciekłych estrów kwasu azotowego w wodzie, jednak stosunek fazy rozproszonej do rozpraszanej nie jest jednoznacznie określany i wynika z wymagań technologicznych. Médard stwierdził, że zawiesina nitrogliceryny w wodzie nie detonuje, gdy na 1 objętość nitrogliceryny przypada co najmniej 1,5 objętości wody (Mem. Poudres 35,59—1953). Warunek ten wystarcza, gdy średnica cząstek fazy rozproszonej nie przekracza średnio 800 mikronów.

W znanych dotychczas sposobach stabilizowania nitrogliceryny, procesy wymywania prowadzi się w kolumnach z zastosowaniem mieszania powietrzem lub w zbiornikach z mieszaniem mechanicznym. W tych warunkach niemożliwe jest otrzymanie zawiesiny o średnicy cząstek nitrogliceryny poniżej 800 mikronów, w związku z czym zawiesina taka nie spełnia warunków bezpieczeństwa. Uwzględniając dodatkowo obecność znacznych ilości nitrogliceryny w separatorach grawitacyjnych, obiekty stabilizowania stwarzają trwałe zagrożenie wybuchowe. Biorąc pod uwagę fakt, że w procesie stosuje się ograniczony zakres temperatur, obniżenie stopnia tego zagrożenia przez zmniejszenie ilości wolnej nitrogliceryny w układzie, co jest równoznaczne ze skróceniem czasu trwania stabilizacji, jest możliwe przez przyspieszenie szybkości dyfuzji zanieczyszczeń oraz ich rozpuszczania na drodze zwiększenia dyspersji nitrogliceryny w czynniku wymywającym.

Okazało się, że można to osiągnąć, jeżeli stabilizowanie nitrogliceryny prowadzi się w urządzeniu przedstawionym schematycznie na rysunku, składającym się z iniektorów (1), (4) i (7), generatorów (2), (5) dźwięków lub ultradźwięków oraz wirówek (3), (6).

Sposób według wynalazku polega na tym, że uzyskaną w procesie nitrowania, oddzieloną od kwasów nitroglicerynę (8) lub inny ciekły ester kwasu azotowego rozprasza się wstępnie w iniektorze (1) wodą (9) o temperaturze do 20°C. Uzyskana w ten sposób niewybuchowa zawiesina (10), zawierająca co najmniej 2 części objętościowe wody w stosunku do 1 części objętościowej nitrogliceryny lub innego ciekłego estru kwasu azotowego, wprowadzana jest do układu (2), wyposażonego w generator dźwięków lub ultradźwięków o częstotliwości do 1000 kHz. Osiąga się przez to zdyspergowanie nitrogliceryny lub innego ciekłego estru kwasu azotowego i skrócenie czasu dyfuzji zanieczyszczeń do wody płuczkiej.

Czas przebywania estru kwasu azotowego w układzie emulgatora ultradźwiękowego (2) wynosi około 20 sekund. Nitroglicerynę lub inny ciekły ester kwasu azotowego opuszczający generator (2) w formie emulsji (11) oddziela się następnie od roztworu płuczającego w wirówce (3) typu de Laval lub innej uzyskując wstępnie stabilizowaną nitroglicerynę (14) i roztwór odpadkowy (13). Nitroglicerynę (14) wprowadza się do iniektora (4) zasilanego około 2,5% wodnym roztworem amoniaku (12) o temperaturze 50°C i w formie emulsji (15) przesyła do drugiego układu (5) wyposażonego w generator dźwięków lub ultradźwięków, jak opisano

wyżej. Uzyskana w iniektorze (4) emulsja (15) składa się co najmniej z 2 części objętościowych roztworu amoniaku i 1 części objętościowej estru kwasu azotowego. Czas trwania kolejnego procesu oczyszczania i stabilizowania w układzie drugiego emulgatora (5) wynosi także około 20 sekund.

Wydzielanie nitrogliceryny (18) lub innego ciekłego estru kwasu azotowego z emulsji (16) opuszczającej generator (5) prowadzi się w wirówce (6) typu de Laval lub innej. Z wirówki (6) odbiera się też roztwór odpadkowy (17). Wolną, wystabilizowaną nitroglicerynę (18) transportuje się do magazynu w formie niewybuchowej emulsji wodnej (19) zawierającej co najmniej 2 części objętościowe wody na 1 część objętościową nitrogliceryny. Emulsję tę (19) uzyskuje się w iniektorze (7) zasilanym wodą (9).

Korzyści ze stosowania w opisanym procesie zespołu generatorów dźwięków lub ultradźwięków i wirówek, wynikają z faktu, że uzyskuje się układ 2 faz ciekłych o nadzwyczaj rozwiniętej powierzchni i zmniejszonej grubości warstwy dyfuzyjnej, co w efekcie zmniejsza czas przebywania w obszarze stabilizowania do około 20 sekund. W związku z tym zmniejsza się odpowiednio objętość aparatury przy zachowaniu tej samej wydajności. Zastosowanie wirówek do rozdzielania nitrogliceryny lub innych ciekłych estrów kwasu azotowego od wody lub wodnych roztworów alkalicznych, pozwala na dostatecznie szybkie zniszczenie otrzymanej przy pomocy generatorów dźwięków lub ultradźwięków emulsji i zmniejsza ilość wolnej nitrogliceryny lub innych ciekłych estrów kwasu azotowego w obiektach.

W opisanym wyżej sposobie stabilizowania operuje się głównie niewybuchową emulsją nitrogliceryny. Miejscami w których nitrogliceryna występuje w postaci wolnej są wirówki. Zwiększa to bezpieczeństwo pracy w obiekcie stabilizowania i pozwala na znaczne zmniejszenie wielkości obiektu stabilizowania, odległości bezpiecznej od innego obiektu i związanych z tym kosztów.

Sposób stabilizowania nitrogliceryny lub innych ciekłych estrów kwasu azotowego według wynalazku, może być w pełni zautomatyzowany lub sterowany odległościowo i w związku z tym nie przewiduje się konieczności przebywania w obiekcie stabilizowania stałej obsługi.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób stabilizowania nitrogliceryny lub innych ciekłych estrów kwasu azotowego na drodze emulgowania nitrogliceryny lub innych ciekłych estrów kwasu azotowego w iniektorach, przy czym stosuje się co najmniej 2 części objętościowe wody na 1 część objętościową nitrogliceryny lub innych ciekłych estrów i następnego poddawania jej kilkakrotnym operacjom przemylwania wodą lub roztworami sodu lub wody amoniakalnej, **znamienny tym**, że emulsję wodną nitrogliceryny lub innych ciekłych estrów poddaje się dodatkowo emulgowaniu w generatorze dźwięków lub ultradźwięków o zakresie częstotliwości do 1000 kHz i następnie rozdziela na wirówkach.

