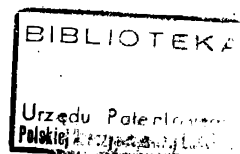


30 czerwca 1924 r.

2

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

COAc 1/18

No 73.

Kl. 12ka

12R, 1/14

James Riddick Partington,
George Joseph Jones

i

Thomas Kerfoot Brownson,
Londyn (Wielka Brytania).

Metoda wytwarzania azotanu amonu.

Zgłoszono: 19 listopada 1919 r.

Udzielono: 7 maja 1924 r.

Pierwszeństwo: 4 marca 1918 r. (Wielka Brytania).

Niniejszy wynalazek dotyczy wyrobu azotanu amonu.

Metody, zwykle używane przy fabrykacji azotanu amonu, polegają na zobojętnianiu kwasu azotowego zapomocą amonjaku, stosowanego w stanie lotnym lub pod postacią roztworu, lub też na podwójnym rozkładzie azotanów metalowych w rodzaju azotanu sodu lub azotanu wapnia z solami amonowymi, w rodzaju np. siarczanu lub węglanu.

W procesie powszechnie używanym utleniania amonjaku, otrzymywane tlenki azotu, mianowicie tlenek azotu (NO), bezwodnik kwasu azotowego (N^2O^3) i dwutlenek (NO^2 azotu lub N^2O^4), reagują z wodą

w wieżach pochłaniających, w obecności nadmiaru tlenu, zwykle doprowadzanego pod postacią powietrza, przez co otrzymuje się rozcieńczony kwas azotowy.

Kwas otrzymywany z tych wież, zwykle zawiera tylko 30% do 50% kwasu azotowego, i dla celów technicznych nie produkuje się kwasu cięższego ponad 60%. Zobojętniając ten kwas z amonjakiem, otrzymujemy rozcieńczony roztwór azotanu amonu, z którego należy odciągnąć znaczny procent wody, wszelako podczas procesu odparowywania zachodzi znaczna strata azotanu amonu.

Wieżę, w których odbywa się pochłanianie tlenków azotowych przez wodę,

muszą być bardzo duże, a zatem są bardzo kosztowne.

Okazało się jednak, że możliwym jest otrzymanie stałego azotanu amonu, wystarczającej czystości, bezpośrednio przez wzajemne połączenie tlenków azotowych, tlenu, wody i amonjaku, wziętych w odpowiednim stosunku.

Wyrób azotanu amonu według niniejszej metody polega na połączeniu tlenków związków azotowych, tlenu, wody oraz amonjaku w stanie lotnym, w stosunku zapewniającym bezpośrednie wytwarzanie azotanu amonu w stanie stałym oraz w stopniu dostatecznie czystym.

W celu otrzymania najkorzystniejszego rezultatu, należy użyć ilości tlenu, która musi znacznie przewyższać tę, jaka jest niezbędna w celu zamiany całkowitej ilości tlenków azotowych na dwutlenek azotu.

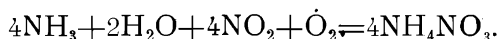
W wypadku użycia gazów, zawierających około 10% na objętość wytwarzanych tlenków związków azotowych, na przykład, przez utlenianie amonjaku, należy zastosować ilość tlenu, przewyższającą trzy do czterokrotnie ilość tlenu teoretycznie niezbędną do zamiany całkowitej zawartości tlenków azotowych na dwutlenek azotu. Należy zaznaczyć, że stopień nadmiaru tlenu zależy od koncentracji tlenków azotowych; im niższą jest zawartość tlenków, tem większym musi być nadmiar tlenu. Niezbędny tlen może być doprowadzony pod postacią czystego tlenu, powietrza, lub też powietrza, wzbogaconego w tlen.

Mieszanie tlenków azotowych i tlenu należy dać dosyć czasu, aby reakcja wyrażająca się równaniem: $2\text{NO} + \text{O}_2 = 2\text{NO}_2$ mogła całkowicie się odbyć; można to osiągnąć np. przez przepuszczenie gazów przez próżną wieżę lub komorę o dostatecznej objętości.

Niezbędna do reakcji woda winna być w stanie nadzwyczaj rozdrobnionym, np.

w postaci prysznicy pary przegrzanej lub pary mokrej.

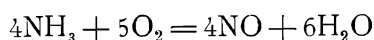
Zawartość wody, obecnej przy reakcji połączenia, nie potrzebuje być większa od ilości niezbędnej dla zamiany wszystkich tlenków azotowych na kwas azotowy i najkorzystniej, gdy jest w ilości wystarczającej do zamiany całkowitej zawartości dodanego amonjaku na azotan amonu zgodnie z równaniem



Jeżeli dodawanie amonjaku zachodzi z przestankami i azotan amonu jest wytwarzany za każdym dopływem, to przed lub jednocześnie z wprowadzeniem do pozostałych gazów świeżej ilości amonjaku należy wprowadzić niezbędną ilość wilgoci.

Gazy, zawierające tlenki azotowe mogą już zawierać pewną ilość wody. Jeżeli ilość ta przekracza niezbędną do otrzymania żądanych rezultatów, to wodę odciąga się z gazu zapomocą np. oziębiania, jeżeli ilość wody jest mniejsza, to należy ją wprowadzić.

Używając np. gazów, otrzymanych przez utlenianie amonjaku i zawierających około 10% na objętość tlenków azotowych, otrzymamy zbyt dużo wilgoci (dla celów niniejszego wynalazku), jak to widać z następującego równania:



oraz z równań przytoczonych powyżej.

Takie gazy wypada więc poddać operacji odciągnięcia pewnej ilości wody.

Zmniejszenie zawartości wody można osiągnąć przez oziębianie gazów, (zgodnie z innym patentem), lub też w jakikolwiek inny odpowiedni sposób, do temperatury około 20° lub niżej, dopóki zawartość wody nie spadnie do właściwego poziomu.

Podobny sposób stosuje się przy posługiwaniu się gazami, otrzymywanymi zapomocą kwasów denitryfikujących, jak np. przy wytwarzaniu ciał azotowych przez użycie pary. Przy stosowaniu na-

tomiast tlenków azotowych, wytwarzanych przy fabrykacji kwasu azotowego przez nagrzewanie azotanów z kwasem siarczanym, do gazów należy dodać odpowiednią ilość wilgoci pod postacią np. pary.

Gaz amonjakowy, używany do wytwarzania azotanu amonu, jest przeważnie dopuszczany w połączeniu z tlenem, który można w sposób podobny wprowadzić pod postacią naturalną, powietrza lub też powietrza wzbogaconego w tlen. Przytem możemy użyć ilości powietrza takiej, by wytworzyć mieszaninę powietrza i amonjaku, zawierającą 12% na objętość amonjaku.

Ilość amonjaku, wprowadzona do gazów, zawierających tlenki azotowe, winna być niewystarczającą do reakcji całkowitą zawartością tlenków azotowych, aby zawsze pozostała pewna ilość wolnych tlenków azotowych, powietrza lub tlenu.

Dla ilustracji właściwego stosunku tlenków azotowych do amonjaku w celu osiągnięcia pożądanego rezultatu można wskazać, że w razie użycia gazów otrzymanych przez utlenienie amonjaku i zawierających około 10% tlenków azotowych przed dodaniem niezbędnego powietrza, należy wprowadzić tylko około jednej trzeciej ilości amonjaku, teoretycznie niezbędnej do uskutecznienia reakcji z całkowitą zawartością tlenków azotowych.

Mieszaninę amonjaku z powietrzem lub tlenem najwłaściwiej wprowadzać z wielką szybkością do środka komory, w której ma się odbywać proces zetknięcia. Innymi słowy należy stworzyć warunki zapewniające zawsze nadmiar tlenków azotowych w stosunku do amonjaku. Okrom tego zetknięcie tych ciał należy zawsze uskutecznić w dostatecznie dużej przestrzeni, tak np. w wypadku, opisywanym tu w postaci przykładu, przestrzeń jest wystarczająca wtedy, gdy gaz może w niej pozostawać w przeciągu około dwóch minut.

W celu urzeczywistnienia sposobu, stanowiącego przedmiot niniejszego wykładu, można się posługiwać aparatem, przedstawionym na rysunku.

Tlenki związków azotowe, zawierające wilgoć, przybywające np. z konwertora amonjaku przez chłodnik *A*, składający się z węzownicy z materiału odpornego na działanie kwasów, ochładzanego do odpowiedniej temperatury zapomocą wody lub specjalnego urządzenia ochładzającego. Skondensowana wilgoć odpływa przez klapę *B*, gazy zaś, posiadające niezbędny stopień wilgoci, przechodzą do komory utleniającej lub wieży *D*. Przed przybyciem do tej komory lub wieży, otrzymują niezbędną ilość powietrza pomocniczego lub tlenu przez klapę *C*. Zupełnie utleniony gaz, wychodzący z komory *D*, można w razie potrzeby ponownie ochłodzić, poczem płynie on do pierwszej komory reakcyjnej *E*, kierowany przed wejściem i wyjściem odpowiednimi zwrotnicami (deflektorami) dla zapewnienia jednostajnego podziału w całej komorze. W odpowiednim punkcie komory, np. jej środku, wprowadzamy do niej mieszaninę powietrza i amonjaku przez rurę *F*, które to obydwa gazy przybywają w odpowiednim stosunku przez zawory *G*₁ i *H*₁.

Stały azotan amonu osiada w komorze *E*, z której się wydobywa w jakikolwiek odpowiedni sposób. Części stałe, unoszone przez prąd gazu zbierają się w komorach *K*₁, zaopatrzonych w odpowiednie zawady.

Pozostałe tlenki azotu następnie przechodzą do drugiej komory reakcyjnej, gdzie zostają poddane działaniu świeżej ilości amonjaku wprowadzonej przez *F*₂, w ten sam sposób, jak i w komorze *E*₁, przyczem części stałe znowu osiadają.

Powtarza się to w następnych komorach *E*₂ i t. d., dopóki ilość pozostałych tlenków azotowych nie spadnie o tyle, że ich obróbka przestaje się opłacać.

Wówczas gaz bądź to się usuwa bądź wzbogaca świeżemi tlenkami azotowymi, albo poddaje innemu działaniu, bądź wreszcie część gazu zostaje usunięta, a pozostała część doprowadzona do właściwej koncentracji, przez wzbogacenie i zaopatrzona w odpowiednią ilość wilgoci, wprowadzoną drogą poprzednio opisaną.

W celu zapewnienia wystarczającego okresu czasu do utlenienia gazów, które stają się coraz to bardziej rozcieńczone w miarę postępu reakcji w kolejnych komorach, można w sposób odpowiedni ustosunkować rozmiary tychże, aby z każdej otrzymać dostateczny czas do ponownego utlenienia. Można również umieścić pomiędzy sąsiednimi komorami komorę próżną lub wieżę, działającą, w charakterze przestrzeni utleniającej, analogicznej do wieży *D*, w której gazy będą bawiły wystarczający okres czasu, aby mogły dostatecznie się utlenić. Wymiary tych komór oraz przestrzeni utleniających można wyprowadzić ze znanych warunków utleniania tlenku azotu (NO) w stanie rozcieńczonym do dwutlenku azotu (NO_2), podanych naprzykład przez Lunge'go i Berl'a (Zeit. angew. Chem. 20, 1716, 1907).

Przy zachowaniu powyższych warunków, azotan amonu wytwarza się w postaci mialkiego, czystego i suchego proszku, który osiada i zbiera się w komorach, zaopatrzonych w zawady, lub też w inny odpowiedni sposób; pozostałe ślady związku mogą być odciągnięte przy pomocy filtrowania przez ekrany z gazy drucianej, z metalu odpornego na działanie tlenków azotowych, lub też w inny sposób, na przykład osadzeniem elektrycznym. Proszek ten zwykle zajmujący dużą objętość podczas osiadania, nabiera zwartości po paru godzinach leżenia. Jeżeli osiadanie odbywa się w obecności azotanu amonu, w formie zwartej, natenczas azotan oddziela

się od gazów również w postaci zwartej. Odchodzące tlenki azotowe mogą być znowu poddane działaniu w sposób powyżej opisany, bądź bezpośrednio, bądź po wzbogaceniu ich świeżemi tlenkami azotowymi, bądź też zużyte w inny sposób, na przykład przez pochłonięcie przez wodę, stężony kwas siarczany lub alkalia.

Postępując w ten sposób, otrzymujemy stały azotan amonu, wolny od azotynów, przyczem wszelkie straty są mniejsze niż w którymkolwiek z poprzednio wymienionych zwykłych sposobów. W rzeczy samej, unika się tutaj strat zachodzących w wieżach pochłaniających kwas azotowy, przy zobojętnianiu rozcieńczonego kwasu azotowego oraz przy wyparowywaniu roztworu azotanu amonu, skoro stosowano proces bezpośredniego zobojętniania kwasu w wieży, lub też strat wynikających z niepełnego rozkładu, filtrowania oraz wyparowywania, jeżeli stosowano metody rozkładu podwójnego.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Metoda wytwarzania azotanu amonu, znamienna przez zmieszanie tlenków azotowych, tlenu, wody i amonjaku w stanie lotnym w stosunku właściwym do bezpośredniego otrzymania w stanie stałym azotanu amonu, posiadającego wystarczający stopień czystości.

2. Metoda wytwarzania azotanu amonu przez zmieszanie ze sobą tlenków azotowych, tlenu, wody i amonjaku w stanie lotnym według zastrz. 1, tem znamienna, że ilość tlenu, obecnego podczas reakcji połączenia, stanowi nadmiar w stosunku do ilości, niezbędnej do zamiany całkowitej zawartości tlenków azotowych na dwutlenek azotu.

3. Metoda wytwarzania azotanu amonu, według zastrz. 1 lub 2, tem znamienna, że obróbce poddaje się gazy zawierające około 10% tlenków azotowych, i że do

powyższych gazów wprowadza się tlen w ilości trzy do czterokrotnie większej od teoretycznie niezbędnej do zamiany całkowitej zawartości tlenków azotowych na dwutlenek azotu.

4. Metoda wytwarzania azotanu amonu, według zastrz. 1 lub 2, tem znamienna, że w razie zastosowania gazów, zawierających mniej od 10% tlenków azotowych, ilość tlenu wprowadzonego do tych gazów w celu utleniania tlenków azotowych, przekracza trzy do czterokrotnie niezbędną teoretycznie do utleniania całkowitej zawartości tlenków azotowych do dwutlenku azotu.

5. Metoda wytwarzania azotanu amonu, według zastrz. 1 lub 2, tem znamienna, że w razie zastosowania gazów, zawierających więcej niż 10% tlenków azotowych, ilość tlenu, wprowadzanego do tych gazów w celu utleniania tlenków azotowych jest mniejsza niż przewyższająca trzy do czterokrotnie ilość niezbędną teoretycznie do utleniania całkowitej zawartości tlenków do dwutlenku azotu.

6. Metoda wytwarzania azotanu amonu, według zastrz. 1—5, tem znamienna, że gazy, zawierające tlenki azotowe i wprowadzone do układu reakcyjnego, są najpierw zmieszane z tlenem, w postaci naturalnej (tlenu), powietrza lub powietrza wzbogaconego w tlen, z zapewnieniem czasu, wystarczającego do reagowania tlenu z tlenkami azotowymi, w celu zupełnego utlenienia tych tlenków przed wprowadzeniem w zetknięcie z amonjakiem i wodą.

7. Metoda wytwarzania azotanu amonu, według zastrz. 1—6, tem znamienna, że woda w gazach reagujących nie jest w nadmiarze, lecz najwłaściwiej w takiej

jedynie ilości, aby jej wystarczało do zamiany całkowitej ilości amonjaku wprowadzanego do azotanu amonu drogą współdziałania z tlenkami azotowymi oraz tlenem.

8. Metoda wytwarzania azotanu amonu, według zastrz. 1—7, tem znamienna, że gaz amonjakowy, wprowadzony do układu reagującego, miesza się z tlenem lub gazem, zawierającym tlen.

9. Metoda wytwarzania azotanu amonu, według zastrz. 1—8, tem znamienna, że ilość amonjaku, zmieszanego z gazami, zawierającymi tlenki azotowe, jest niewystarczająca do związania całkowitej zawartości tlenków azotowych.

10. Metoda wytwarzania azotanu amonu, według zastrz. 9, tem znamienna, że stosuje się gazy, zawierające 10% tlenków azotowych (przed zmieszaniem tych gazów z gazami zawierającymi tlen), przyczem dodaje się tylko jedną trzecią część ilości amonjaku, teoretycznie potrzebnego do reagowania z całością obecnych tlenków azotowych.

11. Metoda wytwarzania azotanu amonu, według zastrz. 1—10, tem znamienna, że gaz, zawierający amonjak, wprowadza się z wielką szybkością do środka komory, w której następuje zetknięcie z tlenkami azotowymi.

12. Metoda wytwarzania azotanu amonu, według zastrz. 1—11, tem znamienna, że gazy pozostałe po uskutecznieniu któregokolwiek stadjum procesu i zawierające jeszcze tlenki azotowe, poddają się dalej działaniu nowych ilości wilgoci, tlenu i amonjaku w sposób opisany powyżej, a to w celu wytworzenia dalszych ilości azotanu amonu.

