

Warszawa, 6 listopada 1933 r.

URZĄD PATENTOWY



CO1c 1/18

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ  
OPIS PATENTOWY

Nr 18696.

Kl. ~~12 k, 6.~~

12k, 1/18

Tadeusz Hobler  
(Paryż, Francja).

## Sposób wytwarzania azotanu amonowego.

Zgłoszono 17 sierpnia 1931 r.

Udzielono 5 lipca 1933 r.

Przy wytwarzaniu azotanu amonowego zapomocą zobojętniania kwasu azotowego lotnym amonjakiem, powstają przy dotychczasowych sposobach postępowania znaczne ilości nie wykorzystanego ciepła. To ciepło reakcji wynosi 20,72 Kal na 1 mol  $NH_3$ , lub 1216 Kal na 1 kg  $NH_3$ , o ile kwas jest rozpuszczony.

Jest rzeczą znaną, że w razie, gdy temperatura reakcji przy zobojętnianiu przekracza pewną granicę, powstaje azotan amonu w postaci delikatnego pyłu (dymu), przyczem ta postać soli stanowi stratę. Dlatego też przestrzeń reakcyjną studzono dotychczas silnie zapomocą wody, nie wyzyskując ciepła reakcji.

Metoda wykorzystywania ciepła reak-

cji do stężania roztworu soli została już opublikowana. Metoda ta polega na wdmuchiowaniu mieszaniny powietrza i amonjaku do kwasu i na odprowadzaniu ciepła zapomocą tego powietrza, przyczem równocześnie odparowuje się część wody zawartej w roztworze.

Reakcja, o której mowa, przebiega jednak nader szybko i gwałtownie, wskutek czego należałoby powstające ciepło odprowadzać z szybkością odpowiadającą szybkości reakcji. Ponieważ jednak, ze względu na ekonomję procesu, wskazane jest możliwie jaknajsilniejsze ogrzanie powietrza przedmuchiwanego, czyli, ponieważ należy stosować podczas wymiany ciepła mały spadek temperatury, trudno jest

uniknąć spiętrzeń ciepłoty w płynie. Zresztą chłodzenie powietrzem nie można uznać wogóle za wydátne.

Oprócz tego nie należy zapominać, że w procesach, w których amonjak reaguje bezpośrednio z kwasem, trudno jest wogóle uzyskać przestrzenną równomierność temperatur reakcji, ponieważ równomierność ta jest właśnie zależną od przestrzennej równomierności doprowadzania amonjaku do poszczególnych cząsteczek kwasu. Różne cząsteczki roztworu kwasu mogą wiązać rozmaite ilości amonjaku, i to w zależności od kontaktu z tym gazem.

Można więc przewidzieć, że pewne cząstki nie tylko zobojętniają swój  $HNO_3$ , lecz oprócz tego nasycają swoją  $H_2O$  amonjakiem, tworząc  $NH_4OH$ , podczas gdy inne cząstki nie pozostają zupełnie zobojętnionymi. Przed jakimkolwiek wyrównaniem rozkładu temperatur i ciał, powstają więc chwilowo rozmaite ilości ciepła, i wytwarzają się rozmaite miejscowe temperatury.

Poza tem odparowywanie zapomocą wdmuchiwania powietrza jest tem ekonomiczniejsze, im wyższa jest temperatura płynu. Ponieważ jednak temperatura ta jest ograniczona niebezpieczeństwem wytwarzania azotanu amonu w postaci dymu, więc z przytoczonych względów wynika, że nie jest rzeczą łatwą podnieść temperaturę roztworu w procesie znanym do możliwego i dopuszczalnego maximum. Można to osiągnąć jedynie przez oprowadzenie temperatury reakcji oraz przez wyeliminowanie wszelkich nadmiernych wzrostów (szczytów) temperatur.

Przy zastosowaniu mieszaniny powietrza i amonjaku, do której przyłącza się — przy równoczesnem odparowywaniu roztworu — jeszcze i para, powstaje trudne zadanie, aby w aparaturze mieszaninę tę przepłókać jaknajdokładniej kwasem. W przeciwnym bowiem razie powstałyby straty amonjaku.

Przedmiotem wynalazku niniejszego jest sposób postępowania, usuwający wszystkie wymienione trudności. Wynalazek polega na tem, że powietrze przedmuchuje się przez roztwór azotanu amonu, krążący w obiegu i podgrzany zapomocą ciepła powstającego przy pochłanianiu amonjaku oraz ciepła zobojętniania, a więc oddzielnie i niezależnie od samej reakcji. W ten sposób ogranicza się temperaturę reakcji wskutek rozpuszczania kwasu w krążącym w obiegu roztworze, a równocześnie zabezpiecza się równomierność temperatury końcowej zapomocą podziału reakcji na  $NH_3 + H_2O = NH_4OH + 8,4$  Kal, oraz  $NH_2OH + HNO_3 + 12,32$  Kal, jak osobno wykazano. Wpierw wymienioną reakcję wykonywa się przy temperaturze tak niskiej, że gdyby nawet miały zajść nierównomierności stężenia, a więc i samych temperatur, zależnych od reakcji roztworowej amonjaku, nierównomierności te musiałyby pozostać zupełnie nieszkodliwe.

Drugą z wymienionych reakcyj wykonywa się według wynalazku dopiero po wyrównaniu stężeń i temperatur. Przedmuchiwanie powietrzem lub innym gazem roztworu krążącego w obiegu, podgrzanego ciepłem reakcji, odbywa się znów oddzielnie i niezależnie od reakcji, podczas równoczesnego studzenia roztworu.

Ze względu na oddzielne odparowywanie roztworu zapomocą powietrza, wszelkie straty amonjaku są więc niemożliwe, a mały nadmiar kwasu w roztworze podlegającym odparowywaniu — który to nadmiar można łatwo utrzymywać niezmiennym — zabezpiecza przed ewentualnymi odchyleniami w obojętności roztworu w kierunku nadmiaru amonjaku. Celem przedmuchiwania powietrza przez roztwór podgrzany zapomocą ciepła reakcji jest więc równoczesne odparowywanie pewnej części wody zawartej w roztworze (dla stężenia roztworu), oraz silne ostudzenie

roztworu, aby osiągnięta temperatura była korzystną dla reakcji:



Według wynalazku pary, powstające przy ostatecznem odparowywaniu można też wykorzystać do podgrzewania krążącego w obiegu roztworu, a więc również do stężania tego roztworu. Wreszcie można według wynalazku zużytkować częściowo ciepło mieszaniny pary i powietrza, uchodzącej z aparatu po przedmuchaniu roztworu powietrzem lub innym gazem, do podgrzewania kwasu azotowego, który później wprowadza się w obieg. W ten sposób umożliwia się odparowywanie odpowiedniej części wody zawartej w roztworze.

Z umieszczonego poniżej zestawienia jest widoczne zużycie świeżej pary o nadciśnieniu 7,5 atm, przerachowanego na 1 kg azotanu amonu, w porównaniu z zużyciem pary w znanych dotychczas urządzeniach.

Teoretyczne zużycie pary do stężania roztworu do 95%, przerachowane na 1 kg suchego azotanu amonu, przy rozmaitych stężeniach kwasu azotowego:

| Stężenie kwasu | Zużycie pary w urządzeniach znanych | Zużycie pary w urządzeniu według wynalazku |
|----------------|-------------------------------------|--------------------------------------------|
| 35%            | około 2,12 kg                       | około 0,615 kg                             |
| 40%            | „ 1,32 „                            | „ 0,45 „                                   |
| 45%            | „ 1,07 „                            | „ 0,32 „                                   |
| 50%            | „ 0,785 „                           | „ 0,24 „                                   |

Na załączonym rysunku przedstawiono schematycznie przedmiot wynalazku.

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

W absorberze 1 na wypełnieniu (skła-

dającym się np. z pierścieni Raschig'a lub rusztów) roztwór przesycany amoniakiem doprowadzanym przez rurę 18, przyczem temperatura roztworu wzrasta. Tuż przed pompą lub też za pompą 2 wprowadza się do roztworu zapomocą rury 19 kwas azotowy w sposób umożliwiający regulację dopływu, dzięki czemu wywołuje się dalszy wzrost temperatury roztworu. Po dalszem doprowadzeniu ciepła w podgrzewaczu 3 roztwór ten rozlewa się równomiernie zapomocą rozpylacza 4 na wypełnienie odparowywacza 5.

W przeciwnym kierunku do roztworu zwilżającego podczas odpływu dużą powierzchnię wypełnienia przepływa przez odparowywacz 5 powietrze włączane zapomocą wentylatora 8. Powietrze to zabiera roztworowi ciepło nie tylko zapomocą odparowywania — mianowicie wskutek przesycania powietrza parą wodną — lecz także zapomocą bezpośredniego chłodzenia. Powietrze przesycane parą wodną uchodzi przez odwadniacz 13, przez podgrzewacz kwasu azotowego 22, gdzie skraplająca się para oraz ciepłe powietrze oddają częściowo swoje ciepło kwasowi azotowemu, płynącemu w kierunku pompki obiegowej, a dalej przez komin 20, do atmosfery. Roztwór natomiast płynie przez rurę syfonową 6 i rozpylacz 7 zpowrotem do absorbera 1.

Nadmiar roztworu pochodzącego z reakcji odprowadza się z opisanego obiegu zapomocą rury 9 oraz przelewu 10. Ponieważ roztwór gromadzący się na dnie absorbera 1 zawiera amoniak, zapomocą rury obiegowej 11 oraz zaworu 12, doprowadza się doń roztwór nieco kwaśny w ilościach dających się regulować, wskutek czego uzyskuje się łatwo doskonałą obojętność roztworu odpływającego do zbiornika 14. Zbiornik ten jest zaopatrzony w węzownice ogrzewcze, przez które mogą, np. przepływać skropliny, pochodzące z odparowywacza 15, z którego skropliny

ściekają przez odwadniacz 24. W ten sposób bez obawy o wykrystalizowywanie można pozostawiać przez dłuższy czas roztwór w zbiorniku 14. Ze zbiornika tego roztwór płynie dalej do odparowywacza 15, w którym podlega on dalszemu stężeniu, poczem opuszcza on aparaturę przez odpowietrzacz 16 przy stężeniu około 95%. Parę pochodzącą z odparowywania roztworu przeprowadza się rurą 17 do podgrzewacza 3, w którym para ta skrapla się, podgrzewając równocześnie roztwór krążący w opisanym obiegu.

Do odprowadzania skroplin z podgrzewacza 3 służy rura 21, natomiast rura 23 służy do odprowadzania skroplin z podgrzewacza 22. Odpowietrzanie absorbera 1 odbywa się przez rurę obiegową 25. Jeżeli chodzi o odparowywanie roztworu azotanu amonu w próżni, można zastosować opisaną urządzenie częściowo, t. j. z wyjątkiem podgrzewacza 3.

Już samo zużytkowanie ciepła reakcji powoduje duże zaoszczędzenie świeżej pary przy stężeniu roztworu.

#### Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania azotanu amonowego zapomocą zubojetniania kwasu azotowego lotnym amonjakiem przy równoczesnem wykorzystywaniu ciepła reakcji do stężania otrzymanego roztworu, znamieny tem, że powietrze przedmuchuje

się przez krążący w obiegu obojętny lub nieco kwaśny roztwór, ogrzany ciepłem uzyskanem przez znane już rozpuszczanie i zubojetnianie amonjaku w rozmaitych miejscach obiegu.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że parę, uzyskaną przy ostatecznem odparowywaniu, zużytkowuje się również do podgrzewania krążącego w obiegu roztworu, a wskutek tego też do jego stężania.

3. Sposób według zastrz. 1 — 2, znamieny tem, że ciepło mieszaniny pary i powietrza, opuszczającej aparat po przedmuchaniu roztworu, zużytkowuje się częściowo do podgrzewania wprowadzanego do obiegu kwasu azotowego.

4. Przyrząd do wykonywania sposobu według zastrz. 1 — 3, znamieny tem, że do mieszania roztworu nieco kwaśnego, spływającego z odparowywacza, z roztworem zawierającym amonjak, opuszczającym absorber, stosuje się środki znane, np. zawór regulujący 12 lub podobne urządzenie, w sposób umożliwiający regulowanie, a to celem uzyskania doskonałej obojętności powstającego roztworu, mimo pewnych wahań stosunku doprowadzanego amonjaku do kwasu.

Tadeusz Hobler.  
Zastępca: Inż. W. Suchowiak,  
rzecznik patentowy.

