

ČESKOSLOVENSKÁ
SOCIALISTICKÁ
REPUBLIKA
(19)



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

268 596

(21) PV 1923-88.R
(22) Prihlášené 24 03 88

(40) Zverejnené 14 08 89
(45) Vydané 31 07 90

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁴
C 01 C 1/18

(75)
Autor vynálezu

KRAJČÍ PAVOL ing.,
BARTOŠ VLADIMÍR ing.,
ORSÁG IVAN ing.,
NÉMETH IMRICH ing., ŠAČA

(54) Spôsob prípravy kryštalického dusičnanu
amónneho a zariadenie k jeho vykonávaniu

(57) Riešenie sa zaoberá prípravou kryštalického dusičnanu amónneho z amoniakálneho vodného roztoku dusičnanu amónneho s obsahom 4 až 40 % hmot. amoniaku desorbciou amoniaku, jeho absorpciou v 60 až 80 % roztoku dusičnanu amónneho a na odseparovaný kryštalický dusičnan amónny sa pôsobí vzdušninou s teplotou 20 až 150 °C. Kryštalizačný desorbér je v cirkulačnom zapojení cez zmešovač kryštalizátora s prívodom roztoku dusičnanu amónneho a amoniaku, ďalej je spojený s ejetorom a separačným zariadením, desorbčným zariadením.

Vynález rieši postup a zariadenie pre prípravu kryštalického dusičnanu amónneho energeticky a investične výhodným spôsobom.

Kryštalický dusičnan amónny pre technické účely, najmä pre výrobu priemyselných trhavín sa pripravuje známymi postupmi, ktoré vychádzajú z princípu ochladzovania neutrálnnej, alebo mierne alkalickéj taveniny dusičnanu amónneho /0,05-0,1 g NH_3 /l/ samostatne, alebo za prídavku aditívnych prísad. Konvenčným spôsobom sa pripravuje kryštalizáciou 90 - 95 % taveniny dusičnanu amónneho obvykle v miešaných kryštalizátoroch opatrených lopatkami, v ktorých sa kryštalické teplo odvádza chladením plášťa vzduchom, alebo chladiacou vodou. Horúci kryštalizát sa následne chladí v chladiči na teplotu 30 - 40 °C. Tento spôsob je málo výhodný a technologicky zastaralý. Jeho výhodou je, že v procese kryštalizácie je možný prídavok aditívnych prísad, napr. solí Fe, parafín, ap., ktoré zlepšujú fyzikálne vlastnosti produktu v hmote. Vývojom nových typov látok zabezpečujúcich sypanosť produktu pre jeho ďalšie použitie, však tento spôsob stratil na význame. Bol preto vyvinutý a v praxi overovaný spôsob sférickej kryštalizácie dusičnanu amónneho rozstrekom taveniny dýzou do prúdu chladiaceho vzduchu v rotačnom bubni. Tento spôsob, ako technicky realizovateľný, však zabezpečoval produkt, ktorý nevyhovoval pre prípravu bezpečnostných trhavín, pre svoju mimoriadnu citlivosť k nárazu, ako výsledok nevhodného tvaru, resp. ostrohrannosti kryštálov. Nové smery intenzifikovali proces kryštalizácie postupmi, ktoré vychádzajú z kryštalizácie taveniny dusičnanu amónneho 95 - 98 %, jej postupným ochladzovaním prefukovaním plynu cez taveninu /Jap.patent 81007 968/ za súčasnej kryštalizácie, následnej separácie, sušenia, mletia, chladenia a premiešania pod teplotu 84 °C s dosušovaním. Obdobou procesu je proces ICY a KEMANORD, kde proces kryštalizácie rovnako vychádza z taveniny dusičnanu amónneho 95 %, prefukovaním vzduchom a regulačnou parou s cirkulovaním obsahu kryštalizátora, následnou separáciou, chladením kryštálov a povrchovou úpravou. Tieto procesy poskytujú výrobky optimálnej kvality pre výrobu bezpečnostných trhavín. Ich nevýhodou je však práca s taveninou dusičnanu amónneho nad bodom tuhnutia /160 °C/, potrebu tlakového čistého vzduchu, chladenie produktu v špeciálnych chladených aparátoch. Riadenie procesu kryštalizácie je veľmi citlivé na zmenu teploty, tým náročnosť na riešenie vlastného kryštalizátora.

Celkove je proces energeticky náročný a relatívne zložitý. Ukázalo sa, že uvedené nedostatky je možné riešiť spôsobom podľa vynálezu, podstatou ktorého je, že kryštalizácia dusičnanu amónneho sa zabezpečuje z amoniakálneho roztoku dusičnanu amónneho s obsahom 4 až 40 % hm. amoniaku desorbciou amoniaku, načo sa kryštalická zmes podrobí separácii. Desorbovaný amoniak sa absorbuje v roztoku dusičnanu amónneho s koncentráciou 60 - 80 % hm. a po neutralizácii kyselinou dusičnou sa vracia do procesu kryštalizácie. Na odseparovaný kryštalický dusičnan amónny sa pôsobí vzdušninou s teplotou 20 až 150 °C. Zariadenie pre uskutočnenie prípravy kryštalického dusičnanu amónneho, podstatou ktorého je, že kryštalizačný desorbér je v cirkulačnom zapojení čerpadlom kryštalického desorbéra cez zmešovač kryštalizátora a/alebo tepelný výmenník, pričom zmešovač kryštalizátora je napojený na prívod amoniaku, prívod dusičnanu amónneho, alebo amoniakátu a/alebo prívod regulačnej vody. Kryštalizačný desorbér je prepojkou spojený s ejektorom a výstupom kryštalizačného desorbéra so separačným zariadením. Separačné zariadenie je prepojené transportným systémom s desorbérom, odlučovačom a práčkou a rúrou matečného roztoku so zmiešavačom ejektora. Zberač ejektora je rúrou procesovej pary spojený s kondenzátorom a/alebo rúrou s tepelným výmenníkom, rúrou pracovného roztoku cez odparku na prívod dusičnanu amónneho zmiešovača kryštalizátora.

Postupom a zariadením podľa vynálezu sa dosiahne, že manipulácia s roztokom dusičnanu amónneho s obsahom amoniaku sa uskutočňuje pod teplotou bodu tuhnutia taveniny dusičnanu amónneho, nie je potrebný špeciálne upravený vzduch, na odvod kryštalizačného tepla dusičnanu amónneho, keďže tento sa zabezpečuje výparným teplom amoniaku. Pre desorbciu amoniaku, či reguláciu priebehu kryštalizácie nie je potrebné používať paru, ale je možné uplatniť degradované teplo nízkotlakej pary s výhodou získanej neutralizáciou desorbovaného amoniaku z desorbčného kryštalizátora. Proces v maximálnej miere využíva reakčného

tepla pre pokrytie potreby tepla v systéme. Je možné rýchlosťou desorpcie amoniaku regulovať priebeh kryštalizácie, ktorá spolu s cirkuláciou kryštalickej brečky a obsahu amoniaku, ako aj jeho dosycovaním v systéme poskytuje možnosti optimálnej regulácie priebehu kryštalizácie a rastu kryštálov a koncentrácie kryštalickej kaše. Proces je technologicky autonómny.

Na zobrazení je znázornené schématické vyobrazenie funkčných prvkov systému podľa vynálezu. Do zmešovača 4 kryštalizátora sa privodom 1 amoniaku, privodom 2 dusičnanu amónneho a/alebo amoniakátu a privodom 3 regulačnej vody privádzajú suroviny, ktoré sa rúrou 35 cirkulačného okruhu, tepelným výmenníkom 5 expandujú do priestoru kryštalizačného desorbéra 6. Desorbovaný amoniak je odsávaný prepojkou 42 ejektorom 8. Kryštalická kaša je z časti odčerpávaná čerpadlom 7 kryštalizačného desorbéra a dávkovaná späť do zmešovača 4 kryštalizátora, z časti odchádza výstupom 38 kryštalizačného desorbéra do separačného zariadenia 12 tvoreného hydrositom a odstredivkou. Desorbovaný amoniak odsávaný ejektorom 8 sa absorbuje v cirkulačnom roztoku dusičnanu amónneho nastrekovaného do ejektora 8 zo zberača ejektora 9 čerpadlom ejektora 10. Časť roztoku sa vedie do zmiešavača 11 ejektora, v ktorom sa zmieša s roztokom dusičnanu amónneho, ako matečného roztoku, čerpaného čerpadlom 14 matečného roztoku rúrou 40 matečného roztoku a kyselinou dusičnou z privodu 37 kyseliny dusičnej. Procesové pary sú rúrou 39 procesovej pary vedené do tepelného výmenníka 5 a/alebo kondenzátora 32. Matečný roztok z kryštalickej kaše sa zhromažďuje v zberači 13 matečného roztoku, kryštalický dusičnan amónny zo separačného zariadenia 12 sa transportným systémom 15 a 16 dávkuje do desorbéra 17. Vzdušina do desorbéra 17 sa filtruje na filtri vzduchu 29 a ventilátorom 30 sa vháňa do kondenzátora 32 a do ohrievača 33. Desorbovaný kryštalický dusičnan amónny z desorbéra 17 sa zachytí v odlučovači 18 a vzdušina sa vyperie v práčke 19 cirkulovaným roztokom dusičnanu amónneho čerpadlom práčky 21 cez zmiešavač práčky 22. V okruhu sa udržiava pH prídavkom kyseliny dusičnej z privodu 37 kyseliny dusičnej a koncentrácia roztoku privodom kondenzátu zo zberača 23 kondenzátu čerpadlom 24 kondenzátu. Prírastok roztoku preteká do zberača 9 ejektora. Desorbovaný kryštalický dusičnan amónny odchádza cez zmiešavaciu závitovku 20. Prírastok roztoku dusičnanu amónneho zo zberača 9 ejektora odteká rúrou 41 pracieho roztoku do odparky 25, bridové pary kondenzujú v kondenzátore 26 a stekajú do zberača kondenzátu 23. Zahustený roztok sa zhromažďuje v zásobníku dusičnanu amónneho 27 a čerpadlom 28 dusičnanu amónneho sa nastrekuje do privodu 2 dusičnanu amónneho a/alebo amoniakátu. Pre uľahčenie dosiahnutia rovnováhy systému je možné prepojkou 36 zo systému odčerpať časť kryštalickej kaše a/alebo zahustený roztok dusičnanu amónneho do retenčných zásobníkov, alebo na prepracovanie v pomocných zariadeniach. Zo systému je možné rúrou 43 odvádzať matečný roztok na dosýtenie amoniakom a dusičnanom amónnym v separátnom zariadení prípravy amoniakátu, ktorý sa nastrekuje do zmešovača 4 kryštalizátora 2 privodom.

Okrem recyklácie zneutrilizovaného desorbovaného amoniaku vo forme dusičnanu amónneho, je možné proces podľa vynálezu kombinovať s inými technológiami, napr. výrobou amoniakátov, výrobou kvapalného roztoku DAM zmiešavaním roztoku dusičnanu amónneho z procesu s roztokom močoviny, alebo s pevnou močovinou, alebo použitím na výrobu LAD. Toto technologické spojenie je zvlášť výhodné, ak je k dispozícii separátna príprava roztoku dusičnanu amónneho a/alebo amoniakátov a/alebo príprava DAM a/alebo LAD, čím sa znižujú investičné náklady na inštaláciu aparátov zabezpečujúcich recykláciu roztoku dusičnanu amónneho.

Príklad 1

1 000 kg zmesi dusičnanu amónneho s obsahom 75 % hm. dusičnanu amónneho, 10 % hm. vody a 15 % hm. amoniaku s rovnovážnou vysočovací teplotou 30 °C, temperovaný na 60 °C expanduje v kryštalizačnom desorbere na teplotu 43 °C, desorpciou sa uvoľnilo 113,4 kg NH₃ za súčasnej kryštalizácie 398,8 kg dusičnanu amónneho. Odstredením kryštálov sa získa

veľký kryštalizát s obsahom 98,8 % hm. dusičnanu amónneho, 0,9 % hm. vody a 0,3 % hm. amoniaku, ktorý sa podrtí v desorbcií v prúde vzdušiny 20 - 30 °C teplej. Získa sa kryštalizát 99,1 - 99,5 % hm. Matečným roztokom sa odtiahne 193 kg so zložením 72,5 % hm. dusičnanu amónneho, 19,8 % hm. vody a 7,7 % hm. amoniaku, ku ktorému sa pridá 580,5 kg 92,8 % dusičnanu amónneho, 129,6 kg amoniaku, ktorá zmes po temperácii na 60 °C sa nasťrekuje do kryštalizačného desorbéra. Uvoľnený amoniak sa absorbuje v ejektore 60 % hm. roztokom dusičnanu amónneho a po zneutralizovaní absorbovaného amoniaku kyselinou dusičnou sa zahustí v odparke na koncentráciu 92,8 % a vráti sa späť do procesu po prídání amoniaku.

Príklad 2

1 000 kg zmesi s obsahom 80 % hm. dusičnanu amónneho, 15 % hm. vody a 5 % hm. amoniaku, temperovanej na 60 °C expanduje v kryštalizačnom desorbére za súčasnej desorbcie 42,4 kg amoniaku a kryštalizácie 200 kg dusičnanu amónneho. Odstredené kryštály sa podrobí desorbcií v prúde vzdušiny s teplotou 120 °C. Získa sa produkt kryštalický 99,5 - 99,6 % hm. K matečnému roztoku sa pridá 326,4 kg 91,4 % hm. dusičnanu amónneho a 42,4 kg amoniaku. Amoniak uvoľnený v kryštalizačnom desorbére sa absorbuje v ejektore 80 % roztokom dusičnanu amónneho s obsahom 0,1 g.l⁻¹ kyseliny dusičnej a po zahustení na koncentráciu 91,4 % hm. sa vracia do procesu kryštalizácie.

Príklad 3

1 000 kg zmesi s obsahom 63 % hm. dusičnanu amónneho, 6 % hm. vody a 31 % hm. amoniaku, temperovaný na 50 °C expanduje v kryštalizačnom desorbére za súčasnej desorbcie 209,7 kg amoniaku a kryštalizácie 100 kg dusičnanu amónneho. Odstredené kryštály sa podrobí desorbcií v prúde vzdušiny 145 °C. Získa sa kryštalický produkt 99,6 - 99,7 % hm. V kryštalickom desorbére uvoľnený amoniak sa absorbuje v ejektore 70 % roztokom dusičnanu amónneho s obsahom 150 g.l⁻¹ kyseliny dusičnej a po zahustení na koncentráciu 95,7 % hm. sa v množstve 176,1 kg pridáva k matečnému roztoku spolu s 224,2 kg amoniaku.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob prípravy kryštalického dusičnanu amónneho vyznačený tým, že kryštalizácia dusičnanu amónneho sa zabezpečuje z amoniakálneho vodného roztoku dusičnanu amónneho s obsahom 4 až 40 % hm. amoniaku desorbciou amoniaku, načo sa kryštalická zmes podrobí separácií.
2. Spôsob podľa bodu 1 vyznačený tým, že desorbovaný amoniak sa absorbuje v roztoku dusičnanu amónneho o koncentracii 60 - 80 % hm. a po neutralizácii kyselinou dusičnou sa vracia do procesu kryštalizácie.
3. Spôsob podľa bodu 1 a 2 vyznačený tým, že na odseparovaný kryštalický dusičnan amónny sa pôsobí vzdušinou s teplotou 20 až 150 °C.
4. Zariadenie pre uskutočnenie prípravy kryštalického dusičnanu amónneho podľa bodu 1 až 3 pozostávajúce z kryštalizačného desorbéra, ejektora, separátora, desorbéra, odlučovača, práčky, odparky, zmiešavačov vyznačené tým, že kryštalizačný desorbér /6/ je v cirkulačnom zapojení čerpadlom /7/ kryštalického desorbéra cez zmiešavač /4/ kryštalizátora, a/alebo cez tepelný výmeník /5/, pričom zmiešavač /4/ kryštalizátora je napojený na prívod /1/ amoniaku, prívod /2/ dusičnanu amónneho a/alebo amoniakátu a/alebo prívod /3/ regulačnej vody.
5. Zariadenie podľa bodu 4 vyznačené tým, že kryštalizačný desorbér /6/ je prepojkou /36/ spojený s ejektorom /8/ a výstupom /38/ kryštalizačného desorbéra so separačným

zariadením /12/.

6. Zariadenie podľa bodu 4 a 5 vyznačené tým, že separačné zariadenie /12/ je prepojené transportným systémom /16/ s desorbérom /17/, odlučovačom /18/ a práčkou /19/ a rúrou /40/ matečného roztoku so zmiešavačom /11/ ejektora.
7. Zariadenie podľa bodu 4 až 6 vyznačené tým, že zberač /9/ ejektora je rúrou /39/ procesovej pary spojený s kondenzátorom /32/ a/alebo rúrou /34/ s tepelným výmenníkom /5/, rúrou /41/ pracovného roztoku cez odparku /25/ na prívod /2/ dusičnanu amónneho, zmiešavača /4/ kryštalizátora.

1 výkres

37

