



URZĄD
PATENTOWY
PRL

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 31. X. 1964 (P 106 118)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 25. II. 1967

Kl. 12 k, 1/18

MKP C 01 c 1/18

UKD 661.525

Twórca wynalazku
i
właściciel patentu

Roger Max Kaltenbach, Paryż (Francja)



Urządzenie do wytwarzania granulowanego azotanu amonowego

1

Wynalazek dotyczy urządzenia do wytwarzania granulowanego azotanu amonowego o wysokiej czystości.

Azotan amonowy w postaci granulek otrzymuje się w skali przemysłowej przez zobojętnienie kwasu azotowego gazowym amoniakiem, zateżnienie otrzymanego roztworu do stężenia około 95%, rozpylenie stężonego roztworu w wieży granulacyjnej, wysuszenie i chłodzenie otrzymanych granulek.

W przypadku gdy, zobojętnianie przeprowadza się pod ciśnieniem, para wytwarzająca się w neutralizatorze może służyć do odparowywania pod próżnią roztworu azotanu amonowego. Dzięki temu wychodząc z kwasu o stężeniu 54% można bez doprowadzenia pary z zewnątrz zateżyć roztwór azotanu do stężenia 95%.

Jednak granulki, otrzymane przez rozpylenie roztworu o stężeniu 95% wymagają nieodzwonnie suszenia w celu otrzymania produktu nadającego się do przechowywania w normalnych warunkach składowania. Dotychczas suszenie przeprowadza się w obrotowych bębnach, co powoduje znaczne zużycie energii oraz pary, a ponadto wymaga zainwestowania odpowiedniego systemu wentylacyjnego i odpylającego, umożliwiającego odzyskanie i zawrócenie rozpylonych cząstek w postaci rozcieńczonego roztworu.

Według dotychczasowych sposobów rozpylanie roztworów 95-procentowych przeprowadza się

2

w wieżach o dużej wysokości, aby przedłużyć maksymalnie czas zetknięcia granulek z powietrzem, co pozwala na odparowanie części wody, a tym samym na skrócenie dalszego okresu suszenia.

Ponieważ ilość wody, którą należy usunąć przez suszenie jest tym mniejsza im bardziej stężony jest roztwór wyjściowy, proponowano liczne sposoby stosowania bardziej stężonych roztworów azotanu. Na ogół jednak otrzymanie takich roztworów wymaga dużej ilości pary, co pociąga za sobą dodatkowe koszty, a ponadto ze względu na niebezpieczeństwo eksplozji, spowodowanej częściowym rozkładem azotanu, nie można pracować z dużymi ilościami bardzo stężonego roztworu azotanu. Wszystko to stwarza poważne niedogodności.

Zgodnie z jednym z nowszych sposobów, usiłowano ulepszyć znane sposoby przez zagęszczanie roztworu azotanu aż do stężenia około 100% w oddzielnym procesie, po neutralizacji. W sposobie tym, aby móc należycie sproszkować azotan, zachodzi konieczność doprowadzania stałej, znacznej ilości stężonego roztworu, co zwiększa jednak ryzyko eksplozji.

Celem niniejszego wynalazku jest uniknięcie tych niedogodności przez prowadzenie zateżniania roztworu azotanu do 100%, w odrębnym procesie od zobojętniania w taki sposób, aby nie dopuścić do nagromadzenia się znacznej ilości stężonego

roztworu azotanu. Okazało się przy tym, iż nie tylko unika się w ten sposób niebezpieczeństwa eksplozji, ale że również można otrzymać, w zależności od potrzeb, czysty azotan lub też mieszaniny azotanów o dużym stężeniu.

Urządzenie według wynalazku umożliwia ekonomiczne i bezpieczne wytwarzanie zgranulowanego azotanu amonowego o wysokiej czystości lub zgranulowanych mieszanin azotanów o żądanej zawartości azotanu amonowego.

W tym celu wprowadza się do reakcji amoniak pod ciśnieniem ustalonym w taki sposób, aby temperatura reakcji nie przekraczała 180°C . Wytworzona para wykorzystana jest w znany sposób do zateżenia otrzymanego roztworu pod próżnią do stężenia 96%, następnie zaś otrzymany stężony roztwór rozprowadza się w formie cienkiego filmu na ogrzewanej ścianie o temperaturze maksymalnej 190°C , przy czym to drugie zateżanie przeprowadza się bezpośrednio w górnej części niskiej wieży granulacyjnej.

Urządzenie do wytwarzania granulowanego azotanu amonowego z gazowego amoniaku i kwasu azotowego składające się z neutralizatora, zasilanego gazowym amoniakiem i kwasem azotowym, z wyparki roztworu, ogrzanego w neutralizatorze do temperatury $175\text{--}180^{\circ}\text{C}$, ze skraplacza próżniowego wilgotnej pary, z wyparki, ze zbiornika na zateżony roztwór, jest według wynalazku wyposażone w wyparkę cienkowarstwową, umieszczoną na wieży z elementem rozpyłowym i granulującym. Wieża może być wyposażona w mały zbiornik o stałym poziomie, umieszczony między wyparką cienkowarstwową i elementem rozpyłowym.

Na załączonym rysunku przedstawiono przykładowo schemat instalacji według wynalazku. Poniższy opis urządzenia tłumaczy jego działanie.

Kwas azotowy o stężeniu 52—57%, wprowadza się do neutralizatora 2 za pomocą pompy 1. Gazowy amoniak wprowadza się przewodem 3 do neutralizatora 2, w którym utrzymuje się ciśnienie rzędu 4 kg/cm^2 . Ciepło reakcji podnosi temperaturę w neutralizatorze do około $175\text{--}180^{\circ}\text{C}$ i powoduje takie odparowywanie wody, że utworzony w neutralizatorze roztwór azotanu amonowego posiada stężenie 75—80%. Roztwór ten przesyła się przewodem 4 do wyparki 5 pracującej pod próżnią.

Wytworzona w neutralizatorze para przesyłana jest pod ciśnieniem pracy neutralizatora przez rurociąg 6 do zewnętrznej części zespołu rurowego 5' wyparki 5, gdzie ogrzewa roztwór azotanu krążący z dużą szybkością wewnątrz tych rurek. Skroplona para uchodzi przez rurkę 7 i jest zawracana do obiegu gdzie jest używana do produkcji pary stosowanej w wyparce 12 lub wyparce końcowej 21. Pary wychodzące z wyparki 5 doprowadza się przewodem 8 do skraplacza rurowego nie uwidocznionego na rysunku. Roztwór azotanu amonowego opuszczający wyparkę 5 przewodem 9 posiada w przybliżeniu stężenie 96%.

Ten 96-procentowy roztwór może być przesłany, albo rurociągiem 10 do zbiornika 11, z którego odprowadzany jest pompą 14 do mieszalnika 15 w celu dodania soli wapniowych lub innych produktów wypełniających (w przypadku wytwarzania sztucznych nawozów azotowych) z urządzeń 16 i 17, albo do dodatkowej wyparki 12, w której roztwór zateża się do 97—98% stosując parę o umiarkowanym ciśnieniu (8 kg/cm^2) i z której to wyparki spływa on rurociągiem 13 do zbiornika 11, skąd przesyłany jest do mieszalnika 15, gdzie służy do wtórnego rozpuszczenia osadu azotanu, wytrąconego częściowo z roztworu uprzednio wprowadzonego do mieszalnika 15.

We wszystkich przypadkach ciecz przepompowywana z mieszalnika 15 zasysana jest pompą 19 przez rurociąg 18 i przesyłana do końcowej cienkowarstwowej wyparki 21 na przykład typu rury wymiennikowej, otoczonej parowym płaszczem grzejnym i posiadającej w górnej części komorę rozprężeniową z cienkimi łopatkami, przy czym część dolna wyparki 21 znajduje się w wieży granulacyjnej 26 nad urządzeniem rozpylającym 25. Roztwór do zateżenia rozprowadzany jest na rurze ogrzewczej za pomocą mieszadła. Uzyskuje się w ten sposób bardzo wysoki współczynnik wymiany ciepłej między zateżanym roztworem i powierzchnią grzejącą.

W opisywanym przykładzie pracuje się przy ciśnieniu atmosferycznym, wprowadzając powietrze do wyparki 21 o temperaturze około $60\text{--}80^{\circ}\text{C}$ w ilości około $0,25\text{ m}^3$ powietrza na 1 kg obrabianego roztworu. Powietrze doprowadza się do wyparki 21 poprzez przewód 28, wentylator 22, wymiennik ciepła 23 a odprowadza przewodem 27.

Ponieważ wprowadzanie powietrza odbywa się w dolnej części wyparki 21, to znaczny w strefie zetknięcia z cieczą najbardziej stężoną i o najwyższej temperaturze, można stosować bardzo małe ilości powietrza i o niskich temperaturach ($60\text{--}80^{\circ}\text{C}$). Ciecz o stężeniu w przybliżeniu 100% przesyłana jest przez zbiornik 24, w którym utrzymuje się stały poziom cieczy, do urządzenia rozpyłowego 25, umieszczonego na szczycie wieży granulacyjnej 26.

Korzystnie jest zbierać gorące granulki w dolnej części wieży granulacyjnej do równoległościennnej poziomej skrzyni 29, w której części dolnej umieszczona jest dziurkowana blacha 30 w taki sposób, aby powietrze wdmuchiwane do przestrzeni pod blachą 30 przechodziło przez warstwę granulek, opływając je tak, aby zapewnić ich szybkie ochłodzenie, dosuszenie i przetransportowanie przez przewód 32, do urządzenia do pakowania w worki lub do składowania.

Wyparka końcowa posiada wszelkie konieczne dla uniknięcia miejscowego przegrzania przy temperaturach wyższych niż 190°C urządzenia zabezpieczające. Stosując metale o dużym współczynniku przewodnictwa ciepła i o znacznej odporności chemicznej, takie jak aluminium, tytan, tantal, można zmniejszyć powierzchnię grzejną wyparki cienkowarstwowej 21.

W przypadku prowadzenia procesu pod próżnią, bez wprowadzania powietrza zespół, 22, 23, 27, 28 zastąpiony jest znanymi urządzeniami, wytwarzającymi próżnię lub pozwalającymi na ustalenie się ciśnienia atmosferycznego w wyparce 21.

Zgodnie z wynalazkiem można przygotowywać albo granulki czystego azotanu amonowego o zawartości około 35% azotu, albo granulki różnych mieszanin soli na bazie azotanu, mianowicie granulki, utworzone z mieszaniny azotanu i soli wapniowych, zawierające w zależności od potrzeb od 15—35% azotu.

W celu zachowania dobrej wydajności reakcji w przypadku przygotowywania mieszanek azotowo-wapniowych sproszkowane sole wapniowe dodaje się do roztworu azotanu, zateżonego maksymalnie do 96%, po czym jednorodną mieszaninę zateża się w wyparce cienkowarstwowej.

Urządzenie według wynalazku pozwala na stosowanie do zubożniania w temperaturze otoczenia kwasu azotowego o stężeniu w granicach 52—57% oraz na bardzo niewielkie zużycie pary do zateżenia roztworu powyżej 96% w jednym lub w kilku etapach, zużycie pary na tonę wytworzonego azotanu amonowego wynosi 55 kg, przy czym para ta jest używana wyłącznie do zateżenia roztworu od 96 do około 100% w opisanej wyparce cienkowarstwowej, której powierzchnia wewnętrzna wykonana jest ze stali nieutleniającej się.

Przy dużej szybkości powietrza, wysokość wieży granulacyjnej wynosi mniej więcej połowę wysokości wieży granulacyjnej, używanej normalnie do granulacji roztworu 95-procentowego, przy czym przekrój wieży granulacyjnej jest również odpowiednio zmniejszony.

Urządzenie według wynalazku umożliwia eliminację urządzeń do suszenia, w szczególności bębnow rotacyjnych, jak również eliminację wentylacji i odpylania powietrza wentylacyjnego oraz urządzeń do zatrzymywania pyłu. Regularne wymiary i doskonałe zeszklenie ziaren powodują, że produkt opuszczający wieżę może być ochładzany za pomocą powietrza niekondycjonowanego.

Urządzenie według wynalazku zapewnia całkowite bezpieczeństwo pracy, ponieważ w żadnym z elementów urządzenia, ilość stężonego roztworu nie przekracza objętości kilkudziesięciu litrów.

Ponadto wzrasta wydajności procesu w przeliczeniu na azot.

Produkt otrzymany w urządzeniu według wynalazku wykazuje lepsze właściwości, ponieważ granulki są regularnymi i jednolitymi kulkami o błyszczącej powierzchni, co uzyskuje się dzięki właściwemu doborowi warunków poszczególnych operacji.

Ponadto otrzymuje się granulki znacznie mniejsze, są one na ogół mniejsze o 2% od otworu sita kwadratowego jednomilimetrowego, przy czym mają one zwiększoną twardość oraz mniejszą skłonność do zbijania się w grudki, co zmniejsza pylenie ich w czasie chłodzenia i następnych czynności. Praktycznie całkowite usunięcie wody z wnętrza granulek, wpływa przede wszystkim na zwiększenie twardości, a także na zmniejszenie powierzchni właściwej, co z kolei zmniejsza możliwość skawalanania się.

Zastrzeżenia patentowe

1. Urządzenie do wytwarzania granulowanego azotanu amonowego z gazowego amoniaku i kwasu azotowego, zawierające neutralizator, zasilany amoniakiem i kwasem azotowym, kilka wyparek do zateżenia roztworu azotanu amonowego oraz wieżę granulacyjną z urządzeniem rozpyłowym, **znamiennie tym**, że jako końcową wyparkę, zateżającą roztwór azotanu od około 100%, zawiera cienkowarstwową wyparkę, umieszczoną na szczycie wieży granulacyjnej tak, że wylot wyparki znajduje się w wieży granulacyjnej nad urządzeniem rozpylającym.
2. Urządzenie według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że zawiera wyparkę cienkowarstwową w postaci rury, otoczonej parowym płaszczem grzejącym, posiadającej w górnej części przeponową komorę rozprężeniową, zaopatrzoną w łopatkę, przy czym pod wylotem wyparki a nad urządzeniem rozpylającym umieszczony jest ewentualnie mały zbiornik na zateżony roztwór azotanu amonu.
3. Urządzenie według zastrz. 1, **znamiennie tym**, że u wylotu urządzenia granulacyjnego zawiera skrzynię, w dolnej części, której umieszczona jest poziomo dziurkowana blacha, przez którą przepływa powietrze oziębiające granulki.

