

A1

**DEMANDE  
DE BREVET D'INVENTION**

⑪

**N° 82 05614**

---

⑤4 Procédé et installation pour la fabrication de nitrate d'ammonium.

⑤1 Classification internationale (Int. Cl. <sup>3</sup>). C 01 C 1/18.

②2 Date de dépôt..... 1<sup>er</sup> avril 1982.

③3 ③2 ③1 Priorité revendiquée : RFA, 4 avril 1981, n° P 31 13 783.0.

④1 Date de la mise à la disposition du  
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 40 du 8-10-1982.

---

⑦1 Déposant : Société dite : DIDIER ENGINEERING GMBH, résidant en RFA.

⑦2 Invention de : Kurt Hagen, Karl Heinrich Laue et Klaus Bichtemann.

⑦3 Titulaire : *Idem* ⑦1

⑦4 Mandataire : Bureau D. A. Casalonga, Josse et Petit,  
8, avenue Percier, 75008 Paris.

---

Procédé et installation pour la fabrication de nitrate d'ammonium.

---

La présente invention concerne un procédé pour la fabrication de nitrate d'ammonium par neutralisation de l'acide nitrique au moyen de l'ammoniac avec une évaporation de la solution de nitrate d'ammonium succédant à la neutralisation, la chaleur de la réaction de la neutralisation étant utilisée pour l'évaporation, et la neutralisation se déroulant sous une surpression sans production de vapeur du procédé.

Un procédé analogue est décrit dans la revue "HYDROCARBON PROCESSING", Novembre 1978, pages 169 et suivantes. Mais dans ce procédé sont obtenues dans le réacteur du stade de neutralisation, de la vapeur basse pression et de la vapeur du procédé. La vapeur du procédé est utilisée pour l'évaporation de la solution de nitrate d'ammonium. Elle existe sous une surpression par exemple de 4 bars absolus. La vapeur du procédé est souillée par des quantités considérables de nitrate d'ammonium et d'ammoniac. Avant d'utiliser ultérieurement le condensat de la vapeur du procédé, celle-ci doit par conséquent être purifiée. Ceci est coûteux.

La température maximale de la neutralisation est fixée pour des raisons de sécurité à 180°C ou tout juste au-dessus. Par conséquent, par exemple pour des concentrations d'acide supérieures à 57 % en poids, des quantités importantes d'eau doivent être recyclées. En outre, avec la vapeur du procédé produite (4 bars absolus), la concentration de la solution de nitrate d'ammonium formée ne peut être amenée qu'à environ 95 % en poids.

Un procédé analogue est le procédé "Stengel". Dans ce procédé, l'acide nitrique et l'ammoniac sont amenés au réacteur, chauffés. La chaleur de réaction n'est pas utilisée ici pour l'évaporation.

L'objet de la présente invention est de proposer un procédé du type mentionné au début, dans lequel aucune vapeur de procédé n'est produite et dans lequel une concentration élevée de la solution de nitrate d'ammonium peut être obtenue

par la chaleur de réaction.

Selon la présente invention, l'objet ci-dessus est réalisé dans un procédé du type mentionné au début, caractérisé par le fait qu'un courant principal de la solution de nitrate d'ammonium est détendu à une pression de vaporisation à laquelle  
5 ce courant est évaporé au moyen d'un courant dérivé de la solution de nitrate d'ammonium.

Aucune vapeur de procédé n'est enlevée au réacteur de neutralisation. Au contraire, un courant dérivé de la solution de nitrate d'ammonium est utilisé pour l'évaporation d'un  
10 courant principal de la solution de nitrate d'ammonium. Avant l'échange de chaleur entre le courant dérivé et le courant principal, ce dernier est détendu, de sorte que sa température descend en-dessous de celle du courant dérivé. Par ce procédé,  
15 une purification de la vapeur de procédé ou des vapeurs chaudes du réacteur de neutralisation est économisée, parce que celles-ci ne se forment pas du tout au préalable. Pour obtenir une concentration du nitrate d'ammonium par exemple de 98 %, il n'est pas nécessaire d'utiliser de la vapeur obtenue dans un  
20 procédé extérieur.

Dans la réalisation préférée de la présente invention, la neutralisation se déroule par réglage de la surpression. Ainsi, la surpression prenant naissance dans le réacteur est maintenue dans des limites admissibles. Ceci est favorable  
25 pour maintenir la pression nécessaire et admissible dans le réacteur.

D'autres réalisations avantageuses de la présente invention et les caractéristiques d'une installation pour réaliser le procédé conforme à la présente invention sont indiquées  
30 dans la description qui suit d'un exemple de réalisation. La figure unique montre un schéma donnant la marche d'une installation pour réaliser un procédé conforme à la présente invention.

A un réacteur de neutralisation 1, qui est conçu sous forme d'un appareil à capacité active totale avec un trop-plein  
35 intérieur, sont amenés par une canalisation 2, de l'acide nitrique à environ 65 % en poids et par une canalisation 3, de l'ammoniac. A la partie supérieure du réacteur 1 est annexé un dispositif 4 pour le réglage de la pression. Ce dispositif

présente une canalisation 5 sur laquelle est monté un réfrigérant 6. Par la canalisation 5, s'échappe de la vapeur qui se dégage dans la partie supérieure du réacteur 1, vapeur qui est refroidie dans le réfrigérant 6 au moyen d'eau froide,  
5 de sorte que la pression dans le réacteur 1 se maintient à une valeur souhaitée comprise entre 4 et 8 bars absolus.

De la zone supérieure du réacteur 1, un courant principal de la solution de nitrate d'ammonium est enlevé par la canalisation 7 et amené à un séparateur 10 de vapeur en passant  
10 par une soupape de détente 8 et un évaporateur 9.

La solution de nitrate d'ammonium dans la canalisation 7 du courant principal, traverse l'évaporateur 9 du côté primaire. Du côté secondaire, sont raccordées à l'évaporateur 9, une canalisation d'arrivée 11 et une canalisation de retour  
15 12 d'un circuit fermé sur lequel est montée une pompe de circulation 13. La canalisation d'arrivée 11 part du réacteur 1 au-dessous de sa partie supérieure. La canalisation de retour 12 débouche dans le fond du réacteur 1. Par le circuit fermé 11, 12, 13, la solution de nitrate d'ammonium est ainsi mise en  
20 circulation, mais non la vapeur de procédé du réacteur 1.

La pression dans le réacteur 1 est réglée au moyen du dispositif 4 servant au réglage de la pression, de préférence de façon à ce que la température d'ébullition de la solution de nitrate d'ammonium 1 dans le réacteur 1, soit d'environ 180°C.  
25 La solution de nitrate d'ammonium prend alors une concentration d'environ 70 % en poids. En conséquence, l'évaporateur 9 est alimenté du côté secondaire par un courant dérivé de la solution de nitrate d'ammonium de 180°C. La solution de nitrate d'ammonium, ayant en particulier la même température, entre  
30 dans la canalisation 7 du courant principal. La pression est alors de préférence comprise entre 5 et 6 bars absolus. Par la canalisation 7 du courant principal, la solution de nitrate d'ammonium circule sous la pression propre du réacteur 1. Dans la soupape de détente 8, la solution de nitrate d'ammonium est  
35 détendue à une pression d'évaporation, pour laquelle la température de la solution de nitrate d'ammonium est par exemple d'environ 105°C. Dans l'évaporateur 9, il se produit alors une évaporation de la solution de nitrate d'ammonium. Dans le sépa-

rateur de vapeur 10 se produit la séparation de phases entre la solution de nitrate d'ammonium ayant une concentration d'environ 98 % en poids dans la canalisation 14 et une sortie des vapeurs par la canalisation 15. La canalisation 14 conduisant  
5 la solution de nitrate d'ammonium fortement concentrée est raccordée à une citerne de stockage 17 par l'intermédiaire d'un vase 16 à tube plongeur. A partir de cette citerne, la solution de nitrate d'ammonium peut être amenée, au moyen d'une pompe 18, à un traitement ultérieur, par exemple à une installation de  
10 granulation.

Les vapeurs circulant par la canalisation 15 sont amenées dans un condensateur 19. Le condensat est conduit, en passant par un vase 20 à tube plongeur, dans un réservoir collecteur 21 et peut être enlevé de celui-ci au moyen d'une pompe 22. Le  
15 condensat est approprié sous forme d'eau du procédé pour la préparation de l'acide nitrique ou bien pour des opérations analogues. Afin de faire circuler les vapeurs par la canalisation 15 dans le condensateur 19, une pompe à vide 23 est prévue.

L'évaporateur 9 peut être conçu à un seul stade ou à  
20 plusieurs stades. S'il est conçu en plusieurs stades, une consommation plus faible de chaleur y est alors liée. La chaleur en excès peut être utilisée pour la production de vapeurs de chauffage dans un échangeur de chaleur 24 monté sur la canalisation de retour 12.

Si un chauffage préalable de l'acide nitrique et/ou de l'ammoniac avant le réacteur 1 est désiré, des échangeurs de chaleur 25, 26 appropriés sont montés du côté primaire sur les canalisations 2 ou 3. Ces échangeurs peuvent être alimentés du côté secondaire par les vapeurs traversant la canalisation  
30 15 à une température d'environ 170°C. Pour séparer les composés azotés contenus dans les vapeurs traversant les canalisations, un ou plusieurs dispositifs de lavage 27 peuvent être envisagés sur la canalisation 15.

Dans ce qui suit, les résultats d'un exemple opératoire  
35 d'une installation de nitrate d'ammonium pour fabriquer une solution de nitrate d'ammonium à 98 % en poids sont rassemblés. Entrée (2, 3) réacteur (1) :

	Acide nitrique à 65% en poids de $\text{HNO}_3$ à 30°C	50,48 t/h
	Ammoniac gazeux à 10°C	8,88 t/h
	Sortie (7, 11), réacteur (1) :	
5	(7) Solution de nitrate d'ammonium à 70,2 % en poids à 180°C et sous 5 bars absolus	59,36 t/h
	(11) $32,24 \times 10^3$ MJ/h destinés au chauffage dans l'évaporateur (9)	
10	Entrée (8, 11) évaporateur (9) :	
	(8) Solution de nitrate d'ammonium à 70,2 % en poids à 105°C (du côté primaire)	59,36 t/h
	(11) $32,24 \times 10^3$ MJ/h (côté secondaire)	
15	Sortie (14, 15) séparateur (10) :	
	(14) Solution de nitrate d'ammonium à 98 % en poids à 157°C	42,52 t/h
	(15) Vapeurs sous 0,3 bar absolu, à 170°C	16,84 t/h
	Condensateur (19)	
20	Condensat qui s'écoule à 65°C	16,84 t/h
	La chaleur enlevée aux vapeurs de la canalisation 15 peut être utilisée également pour réchauffer l'air qui est introduit dans une installation de granulation du produit.	
25	Dans ce cas, le condensateur 19 est refroidi avantageusement du côté secondaire par l'air, qui ainsi se réchauffe.	

REVENDEICATIONS

1. Procédé de fabrication de nitrate d'ammonium par neutralisation de l'acide nitrique au moyen de l'ammoniac avec une évaporation de la solution de nitrate d'ammonium succédant à la neutralisation, la chaleur de réaction de la  
5 neutralisation étant utilisée pour l'évaporation et la neutralisation se déroulant sous une surpression sans production de vapeur de procédé, caractérisé par le fait qu'un courant principal (7) de la solution de nitrate d'ammonium est  
10 détendue à une pression d'évaporation, à laquelle ce courant principal est évaporé à l'aide d'un courant dérivé (11, 12) de la solution de nitrate d'ammonium.

2. Procédé selon la revendication 1, caractérisé par le fait que la neutralisation se déroule par réglage de la  
15 surpression.

3. Procédé selon la revendication 1 ou 2, caractérisé par le fait que la solution de nitrate d'ammonium est concentrée à 90 - 99 % en poids, de préférence à 97,5 % en poids par le courant dérivé (11, 12).

20 4. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la neutralisation se déroule sous une pression comprise entre 4 et 8 bars absolus, de préférence de 5 à 6 bars absolus.

25 5. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la neutralisation se déroule à une température comprise entre 170°C et 190°C, de préférence à 180°C.

30 6. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que la concentration de la solution de nitrate d'ammonium s'effectue en un stade ou en plusieurs stades.

7. Procédé selon la revendication 6, caractérisé par le fait que la chaleur en excès du courant dérivé (11,12) peut être utilisée pour la production de vapeur de chauffage.

35 8. Procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisé par le fait que, après l'évaporation, de la chaleur est enlevée aux vapeurs, qui peut être utilisée

pour réchauffer un courant d'air.

9. Installation pour la réalisation du procédé selon l'une quelconque des revendications précédentes, dans laquelle, à un réacteur de neutralisation, un échangeur de chaleur-  
5 évaporateur est associé, caractérisée par le fait que l'échangeur de chaleur (9), est placé du côté secondaire sur un circuit fermé (11, 12, 13, 24) à travers lequel la solution de nitrate d'ammonium sortant du réacteur (1) circule, et que  
sur l'échangeur de chaleur (9) est montée du côté primaire  
10 une canalisation (7) du courant principal sortant du réacteur (1), avec une soupape de détente (8).

10. Installation selon la revendication 9, caractérisée par le fait que le réacteur (1) est conçu sous forme d'un appareil à capacité active totale avec un trop-plein intérieur.



1/1

