

Octrooiraad



⑩ A Terinzagelegging ⑪ 8201440

Nederland

⑲ NL

- ⑤4 Werkwijze en inrichting voor het vervaardigen van ammoniumnitraat.
- ⑤1 Int.Cl³: C01C 1/18.
- ⑦1 Aanvrager: Didier Engineering GmbH. te Essen, Bondsrepubliek Duitsland.
- ⑦4 Gem.: Ir. R. Hooijink c.s.
Octrooibureau Arnold & Siedsma
Sweelinckplein 1
2517 GK 's-Gravenhage.

- ②1 Aanvraag Nr. 8201440.
- ②2 Ingediend 5 april 1982.
- ③2 Voorrang vanaf 4 april 1981.
- ③3 Land van voorrang: Bondsrepubliek Duitsland (DE).
- ③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: P 3113783.
- ⑥2 --

- ④3 Ter inzage gelegd 1 november 1982.

De aan dit blad gehechte afdruk van de beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en) bevat afwijkingen ten opzichte van de oorspronkelijk ingediende stukken; deze laatste kunnen bij de Octrooiraad op verzoek worden ingezien.

Werkwijze en inrichting voor het vervaardigen van ammoniumnitraat.

De uitvinding betreft een werkwijze voor het vervaardigen van ammoniumnitraat door neutralisatie van salpeterzuur middels ammoniak met een op de neutralisatie aansluitende indamping van de ammoniumnitraatoplossing, waarbij voor de
5 indamping de reactiewarmte van de neutralisatie gebruikt wordt en de neutralisatie onder een overdruk zonder processtoomopwekking verloopt.

Een gelijksoortige werkwijze is in de literatuurplaats "HYDROCARBON PROCESSING", November 1978, bladzijde 169 ff,
10 beschreven. Bij deze werkwijze wordt echter in de reactor van de neutralisatiestap lagedrukstoom en processtoom opgewekt. De processtoom wordt voor de indamping van de ammoniumnitraatoplossing ingezet. Hij staat onder een overdruk van bijvoorbeeld 4 bar abs. De processtoom is met opmerkenswaardige
15 hoeveelheden ammoniumnitraat en ammoniak verontreinigd. Voor het verdergebruik van het condensaat van de processtoom moet deze derhalve gereinigd worden. Dit is kostenverhogend.

De maximale temperatuur van de neutralisatie is om veiligheidsredenen op 180⁰C of vlak daarboven vastgesteld.
20 Dienovereenkomstig moeten bijvoorbeeld bij zuurconcentraties van meer dan 57 Gew.-% aanzienlijke hoeveelheden water gerecirculeerd worden. Bovendien kan met de opgewekte processtoom (4 bar abs.) de concentratie van de vervaardigde ammoniumnitraatoplossing slechts op circa 95 Gew.-% gebracht worden.

25 Een soortgelijke werkwijze is het Stengel-proces. Bij dit proces worden salpeterzuur en ammoniak verwarmd aan de reactor toegevoerd. De reactiewarmte wordt hier niet voor de indamping aangewend.

Doel van de uitvinding is een werkwijze van bovengenoemde
30 de soort te verschaffen, bij welke geen processtoom wordt opgewekt en bij welke door de reactiewarmte een hoge concentratie van ammoniumnitraatoplossing bereikt kan worden.

Volgens de uitvinding wordt het bovengenoemde doel bij een werkwijze van de bovengenoemde soort daardoor verkregen,

doordat een hoofdstroom van de ammoniumnitraatoplossing naar een verdampingsdruk gereduceerd wordt, bij welke druk de ammoniumnitraatoplossing middels een zijstroom van de ammoniumnitraatoplossing ingedampt wordt.

5 Aan de neutralisatiereactor wordt geen processtoom onttrokken. Veeleer wordt van een zijstroom van de ammoniumnitraatoplossing gebruik gemaakt voor het indampen van een hoofdstroom van de ammoniumnitraatoplossing. Voor de warmte-
10 uitwisseling tussen de zijstroom en de hoofdstroom wordt deze laatste geëxpandeerd, zodat zijn temperatuur onder die van de zijstroom daalt. Bij deze werkwijze wordt een reiniging van de processtoom of van de afvaldampen van de neutralisatiereactor overbodig, omdat deze juist in het geheel niet ontstaan. Om een concentratie ammoniumnitraat van bijvoorbeeld
15 98% te bereiken, heeft geen in een externe inrichting opgewekte stoom ingezet te worden.

 In een voorkeursuitvoeringsvorm van de uitvinding verloopt de neutralisatie onder regeling van de overdruk. Daarmee wordt de in de reactor ontstane overdruk binnen toelaatbare grenzen gehouden. Dit is gunstig om de noodzakelijke en
20 toelaatbare druk in de reactor te handhaven.

 Andere voorkeursuitvoeringsvormen van de uitvinding en kenmerken van een inrichting voor de uitvoering van de werkwijze volgens de uitvinding, blijken uit de volgende beschrijving van een uitvoeringsvoorbeeld en de onderconclu-
25 sies. De tekening toont een stroomschema van een inrichting voor de uitvoering van een werkwijze volgens de uitvinding.

 Aan een neutralisatiereactor 1 die als holle-ruimte apparaat (Vollraumapparat) met een inwendige overloop is uitgevoerd, wordt via een leiding 2 salpeterzuur van ongeveer 65
30 Gew.-% en via een leiding 3 ammoniak toegevoerd. Op de bovenste lege ruimte van de reactor 1 is een inrichting 4 voor drukregeling aangesloten. Deze omvat een leiding 5, waarin een koeler 6 geschakeld is. Door de leiding 5 stroomt de in
35 de bovenste lege ruimte van de reactor 1 ontwikkelde damp die in de koeler 6 middels koelwater zodanig wordt afgekoeld, dat de druk in de reactor 1 een gewenste waarde tussen 4 en 8 bar abs. houdt.

Uit de bovenste lege ruimte van de reactor 1 wordt via een hoofdstroomleiding 7 de ammoniumnitraatoplossing afgevoerd en via een reduceerventiel 8 en een indamper 9 in een stoomafscheider 10 gevoerd.

5 De ammoniumnitraatoplossing in de hoofdstroomleiding 7 doorstroomt de indamper 9 aan de primaire zijde. Aan de secundaire zijde is aan de indamper 9 een voorloopleiding 11 en een retourleiding 12 aan een leidingkring aangesloten, waarin een transportpomp 13 ligt. De voorloopleiding 11 vangt onder
10 de bovenste lege ruimte van de reactor 1 aan. De retourleiding 12 mondt onderin de reactor 1 uit. Via de leidingkring 11,12,13 wordt zodoende een ammoniumnitraatoplossing - echter geen processtoom van de reactor 1 - getransporteerd.

De druk in de reactor 1 wordt middels een inrichting 4
15 voor de drukregeling bij voorkeur zodanig ingesteld, dat de kooktemperatuur van de ammoniumnitraatoplossing in de reactor 1 ongeveer 180°C bedraagt. De ammoniumnitraatoplossing neemt daarbij een concentratie van ongeveer 70 Gew.-% aan. Dienovereenkomstig wordt de indamper 9 aan zijn secundaire
20 zijde door een zijstroom van de ammoniumnitraatoplossing met een temperatuur van 180°C gevoed. Een ammoniumnitraatoplossing van in hoofdzaak gelijke temperatuur stroomt de hoofdstroomleiding 7 in. De druk ligt daarbij bij voorkeur tussen 5 en 6 bar abs. Via de hoofdstroomleiding 7 wordt de ammo-
25 niumnitraatoplossing onder de in de reactor 1 heersende druk getransporteerd. In het reduceerventiel 8 wordt de ammoniumnitraatoplossing naar een verdampingsdruk gereduceerd, bij welke de temperatuur van de ammoniumnitraatoplossing bijvoorbeeld ongeveer 105°C bedraagt. In de indamper 9 vindt dan
30 een indamping van de ammoniumnitraatoplossing plaats. In de stoomafscheider 10 vindt de fasescheiding plaats tussen de ammoniumnitraatoplossing met een concentratie van ongeveer 98 Gew.-% via de leiding 14 en een afval dampenafzuiging via de leiding 15. De de hoog geconcentreerde ammoniumnitraatoplos-
35 sing voerende leiding 14 is via een dompelpvat 16 (Tauchtöpf) op een voorraadtank 17 aan gesloten. Via deze kan de ammoniumnitraatoplossing via een transportpomp 18 naar een inrichting voor verdere verwerking, bijvoorbeeld een granulatie-inrichting, gevoerd worden.

De door de leiding 15 stromende afvaldampen worden naar een condensor 19 gevoerd. Het condensaat wordt via een dompelpvat 20 (Tauchtopf) in een verzameltank 21 geleid en kan aan deze middels een pomp 22 onttrokken worden. Het condensaat is geschikt als proceswater voor de vervaardiging van salpeterzuur op soortgelijke processen. Voor het transporteren van de afvaldampen via de leiding 15 naar de condensor 19 is een vacuümpomp 23 in de leiding 15 aangebracht.

De indamper 9 kan ééntraps of meertraps uitgevoerd zijn. Wordt hij meertraps uitgevoerd, dan is daarmee een geringer warmteverbruik verbonden. Het overschot aan warmte kan in een in de retourleiding 12 geschakelde warmtewisselaar 24 voor verwarmingsstoomopwekking benut worden.

Is een voorverwarming van salpeterzuur en/of van ammoniak voor de reactor 1 gewenst, dan zijn in de leidingen 2 respektievelijk 3 overeenstemmende warmtewisselaar 25,26 met de primaire zijde geschakeld. Deze kunnen aan hun secundaire zijde door de in de leiding 15 met een temperatuur van ongeveer 170°C stromende afvaldampen gevoed worden. Om de door de leidingen stromende, afvaldampen omvattende stikstofverbindingen te scheiden, kan in de leiding 15 een één- of meertrapswasser 27 opgenomen worden.

Hieronder zijn de gegevens van een werkwijze voorbeeld van een ammoniumnitraatinrichting voor de vervaardiging van een ammoniumnitraatoplossing van 98 Gew.-% samengevat:

Ingang (2,3) reactor (1):

Salpeterzuur met 65 Gew.-% HNO_3 , bij 30°C	50,48 ton per uur
Ammoniak, gasvormig bij 10°C	8,88 ton per uur

Uitgang (7,11) reactor (1):

(7) Ammoniumnitraatoplossing met 70,2 Gew.-%,
bij 180°C en 5 bar abs. 59,36 ton per uur
(11) $32,24 \times 10^3$ MJ/h voor verwarmingsdoeleinden in de indamper (9)

Ingang (8,11) indamper (9):

- (8) ammoniumnitraatoplossing met 70,2
Gew.-%, bij 105⁰C (primaire zijde) 59,36 ton per uur
5 (11) 32,24 x 10³ MJ/h (secundaire
zijde)

Uitgang (14,15) afscheider (10):

- 10 (14) ammoniumnitraatoplossing met 98
Gew.-%, bij 157⁰C 42,52 ton per uur
(15) afvaldampen met 0,3 bar abs., bij
170⁰C 16,84 ton per uur

15 Condensor (19):

Wegvloeiende condens met 65⁰C 16,84 ton per uur.

- 20 De afvalwarmte uit de afvaldampen van de leiding 15 kan
ook voor de verwarming van lucht ingezet worden, die aan een
produktgranulatie-inrichting toegevoerd wordt.

In dit geval wordt de condensor 19 op doelmatige wijze
aan de secundaire zijde met lucht gekoeld, die daarbij opge-
warmd wordt.

25

CONCLUSIES

1. Werkwijze voor het vervaardigen van ammoniumnitraat door neutralisatie van salpeterzuur middels ammoniak met een op de neutralisatie aansluitende indamping van de ammoniumnitraatoplossing, waarbij voor de indamping de reactiewarmte
5 van de neutralisatie gebruikt wordt en de neutralisatie onder een overdruk zonder processtoomopwekking verloopt, met het kenmerk, dat een hoofdstroom (7) van de ammoniumnitraatoplossing naar een verdampingsdruk gereduceerd wordt, bij welke druk de ammoniumnitraatoplossing middels een zijstroom
10 (11,12) van de ammoniumnitraatoplossing ingedampt wordt.

2. Werkwijze volgens conclusie 1, met het kenmerk, dat de neutralisatie onder regeling van de overdruk verloopt.

3. Werkwijze volgens conclusie 1 of 2, met het kenmerk, dat door de zijstroom (11,12) de ammoniumnitraatoplossing tot
15 een gewichtspercentage van 90 tot 99, bij voorkeur 97,5 Gew.-%, geconcentreerd wordt.

4. Werkwijze volgens één van de voorgaande conclusies, met het kenmerk, dat de neutralisatie onder een druk gelegen tussen 4 en 8 bar abs., bij voorkeur 5 tot 6 bar abs., ver-
20 loopt.

5. Werkwijze volgens één van de voorgaande conclusies, met het kenmerk, dat de neutralisatie bij een temperatuur, gelegen tussen 170°C en 190°C , bij voorkeur 180°C ver-
loopt.

25 6. Werkwijze volgens één van de voorgaande conclusies, met het kenmerk, dat de concentratie van de ammoniumnitraatoplossing ééntraps respektievelijk meertraps verloopt.

7. Werkwijze volgens conclusie 6, met het kenmerk, dat het overschot aan warmte van de zijstroom (11,12) voor de
30 opwekking van verwarmingsstoom ingezet kan worden.

8. Werkwijze volgens één van de voorgaande conclusies, met het kenmerk, dat na de indamping afvaldampenwarmte onttrokken wordt, die voor de verwarming van een luchtstroom ingezet kan worden.

9. Inrichting voor de uitvoering van de werkwijze volgens één van de voorgaande conclusies bij welke werkwijze achter een neutralisatiereactor een indamper-warmtewisselaar geschakeld is, met het kenmerk, dat de warmtewisselaar (9)

5 met zijn secundaire zijde in een leidingkring (11,12,13;24) ligt, waar doorheen de ammoniumnitraatoplossing uit de reactor (1) gevoerd wordt en dat de warmtewisselaar met zijn primaire zijde voor een uit de reactor (1) afkomstige hoofdstroomleiding (7) met expansieventiel (8) geschakeld is

10 10. Inrichting volgens conclusie 9, met het kenmerk, dat de reactor (1) als een holle-ruimte apparaat "Vollraum-apparat" met een inwendige overloop is uitgevoerd.

