

(12) **PATENTO APRAŠYMAS**

(11) Patent numeris: **3821**

(51) Int.Cl.⁵: **C01C 1/18**

(21) Paraiškos numeris: **IP1841**

(22) Paraiškos padavimo data: **1994 01 31**

(41) Paraiškos paskelbimo data: **1995 08 25**

(45) Patent paskelbimo data: **1996 03 25**

(60) SU duomenys: **SU 4202176, 1987 03 03**

(31,32,33) Prioritetas: **85 10217, 1985 07 04, FR**

(72) Išradėjas:
Yves Cotonea, FR
Alexandre Villard, FR

(73) Patent savininkas:
GRANDE-PAROISSE S.A., 4-8, Cours Michelet-La Defense 10, 92800
Puteaux-Hauts-de-Seine, FR

(74) Patentinis patikėtinis:
Rita Laurinavičiūtė, 5, UAB "Metida", Pilies g. 8/1-2, 2600 MTP Vilnius, LT

(54) Pavadinimas:
Koncentruoto amonio nitrato tirpalo gavimo būdas

(57) Referatas:

Koncentruoto amonio nitrato tirpalo gavimo būdas, neutralizuojant azoto rūgštį amoniaku vamzdiniame reaktoriuje.

Esant bendram reagentų sunaudojimui, atitinkančiam mažesnį nei 150 kg/val.cm² našumą, neutralizaciją atlieka, esant gražinamam į reaktorių koncentruotam amonio nitrato tirpalui. Esant bendram reagentų sunaudojimui, atitinkančiam didesnį nei 150 kg/val.cm² našumą, amonio nitrato tirpalo cirkuliacijos būtinumas atkrenta.

Šis išradimas susietas su koncentruotų amonio nitrato tirpalų gavimo būdu, neutralizuojant azoto rūgštį amoniaku.

- 5 Šis išradimas susietas su koncentruotų amonio nitrato tirpalų gavimo būdu, besiskiriančiu tuo, kad neutralizacija yra atliekama vamzdiniame reaktoriuje.

- 10 Vamzdinis reaktorius yra palyginus nedidelio diametro vamzdžio nuopjova, neturinti viduje antdėklo. Tokie vamzdiniai reaktoriai buvo naudojami amonio fosfato gavimui, neutralizuojant fosforo rūgštį amoniaku. Ši reakcija vyksta labai dideliu greičiu, ir dėl to išgaruoja fosforo rūgštyje esantis vanduo. Vamzdinio
- 15 reaktoriaus panaudojimas amonio fosfato gavimui aprašytas daugelyje patentų, pavyzdžiui, Prancūzijos patente Nr. 1 426 746 ir JAV patentuose Nr. 2 618 547, 2 555 176, 2 977 201, 3 238 021, 3 310 371, 3 362 809, 3 399 031, 3 419 378, 3 464 808, 3 482 945, 3 503 706.
- 20 Naudojamas vamzdinis reaktorius įtaisomas horizontaliai arba nedideliu kampu horizontalios linijos atžvilgiu. Labiausiai paplitusių vamzdinių reaktorių diametras yra 200-10 mm ir ilgis 1,50-10 m. Ilgio ir diametro santykis, paprastai, yra nemažesnis už 50. Pagal šią pa-
- 25 raišką atitinkanti būdą azoto rūgšties neutralizacija amoniaku, priklausomai nuo bendro reagentų sunaudojimo, yra atliekama cirkuliuojant arba necirkuliuojant koncentruotam amonio nitrato tirpalui. Taip esant bendram reagentų sunaudojimui, atitinkančiam 150 kg/val.cm^2
- 30 našumą, reakcijos dėka susidaro lašelių arba kietų dalelių aerosolis, ir dėl to susidaro žymus dūmų arba rūko debesis, iš kurio labai sunku, jei iš viso įmanoma, išskirti gaunamą produktą. Pareiškėjas nustatė, kad tuo atveju, jei azoto rūgštį kartu su amoniaku įve-
- 35 dinėti į grąžinamo į reaktorių amonio nitrato tirpalo srautą, tai iš vamzdinio reaktoriaus išeinantis produktas yra lengvai perskiriamas amonio nitrato ir garų

mišinys. Azoto rūgštį įveda į amonio nitrata, kurio kiekis (pagal tūrį) 1-5 kartus viršija amonio nitrato tirpalo tūrį, kuris susidaro reakcijos dėka. Kuo mažesnis bendras reagentų sunaudojimas, tuo didesnis grą-
5 žinamo amonio nitrato kiekis.

Reakcijos tarp koncentruotos azoto rūgšties ir amoniako, esant dideliam vandeninio amonio nitrato tirpalo kiekiui, atlikimo būdas yra žinomas. Šiuo atveju reagentus įveda į įrenginį, turintį dvi kameras, kurios tarpusavyje sujungtos vertikaliais vamzdeliais. Reagentus įveda į apatinę kamerą iš apačios. Reakcijos metu išsiskiriančios šilumos dėka vyksta koncentruotoje azoto rūgštyje esančio vandens garavimas. Virimas vyksta antroje kameroje, kuri yra virš pirmosios ir sujungta su ja vertikaliais vamzdeliais. Dėka dėl to atsirandančio termosifono, produktas vienuose vamzdeliuose kyla į viršų, o kituose leidžiasi žemyn. Tokio tipo reaktoriuose cirkuliacijos greitis (išreikštas grąžinamo į reaktorių amonio nitrato tūrio santykiu su susidarančio amonio nitrato tūriu) yra 100:1. Įrenginiai su tokio tipo reaktoriai yra gremėzdiški ir juose yra didelis kiekis pakankamai sprogaus produkto, turinčio aukštą (140-160°C) temperatūrą.

25 Jei bendras reagentų sunaudojimas yra toks, kad įrenginio našumas viršija 150 kg/val.cm², tai amonio nitrato tirpalo cirkuliacijos būtinumas atkreipta, kadangi šiomis sąlygomis rūkas nesusidaro. Tačiau reikia pažymėti, kad pradinėje stadijoje geriausia yra įvesti į reaktorių tam tikrą amonio nitrato tirpalo kiekį. Reikalingas tas, kad šiame periode ventilio atidarymas vyksta ne akimirksniu, o tęsiasi apie dešimt sekundžių, ir per tą laiką susidaro didelis rūko kiekis. Be to, pageidautina turėti amonio nitrato tirpalo cirkuliacijos
35 įrenginį, kurį naudojant būtų galima reguliuoti, esant reikalui, bendrą reagentų kiekį.

Pagal šį išradimą siūlomas būdas gali būti realizuotas šiame įrenginyje:

5 Pagrindinis šio įrenginio skiriamasis bruožas glūdi tame, kad jame yra bent vamzdinis reaktorius su tiek-
tuvais reagentų (HNO_3 ir NH_3) įvedimui, bent sepa-
ratorius, skirtas garų atskyrimui nuo reakcijos pro-
dukto (koncentruoto vandeninio amonio nitrato tirpalo)
10 ir, esant norui, priemonė, skirta dalies reakcijos
produkto gražinimui į vamzdinį reaktorių. Šiuo atveju
vamzdinis reaktorius yra aprūpintas priemonėmis, skir-
tomis paduoti į jį gražinamą tirpalą.

15 Žemiau, pasinaudojant pridedamu schematiniu brėžiniu,
pateikiamas detalesnis šio išradimo charakteristikų ir
privalumų aprašymas.

Viename iš vamzdinio reaktoriaus (R) galų yra trys
tiektuvai, skirti NH_3 , HNO_3 ir gražinamo NH_4NO_3 tirpalo
20 padavimui. Turbulentinio srauto sukūrimui šie tiektuvai
tinkamiausiai yra sudėtiniai. Iš kito vamzdinio reak-
toriaus gali išeiti koncentruotas amonio nitrato tir-
palas, kuris paduodamas į separatorių (S). Iš apatinės
separatoriaus (S) dalies išeina koncentruotas amonio
25 nitrato tirpalas ir patenka į surinktuvą. Po NH_3 , pa-
duodamo tiekimo vamzdynu (C), neutralizavimo, dalis šio
tirpalo gali būti gražinama į reaktorių. Tam, kad
tirpalas liktų skystas sustabdžius įrenginį, surink-
tuvas (G) gali būti šildomas panardinamu šildytuvu (V).
30 Iš viršutinės separatoriaus dalies, (F) rodyklės kryp-
timi, išeina garas. Besikondensuojantis vanduo iš įren-
ginio yra paduodamas į (H). NH_3 ir HNO_3 , prieš įvedant
juos į reaktorių, yra pašildomi šilumokaičiuose (ECH_1 ,
 ECH_2). Amoniako, pridedamo į surinktuvą (G), kiekis
35 priklauso nuo gaunamo amonio nitrato tirpalo rūgš-
tingumo, kuris, savo ruožtu, yra HNO_3 sunaudojimo funk-
cija. Tam, kad iš reaktoriaus išeinantis produktas būtų

rūgštus, reikia HNO_3 pertekliaus. Tuo pačiu yra užkertamas kelias NH_3 nuostoliams.

Pagal šią išradimą siūlomas būdas turi šiuos privalumus:

5

- konstrukcijos paprastumas ir reaktoriaus nedidelis diametras sąlygoja nedideles kapitalines išlaidas;

10

- labai nedidelė įrenginio inercija, kadangi cirkuliuojančio amonio nitrato tirpalo kiekiai yra nedideli;

- rūgštaus amonio nitrato tirpalo korozinio poveikio pavojaus sumažėjimas, kadangi cirkuliuojančio amonio tirpalo kiekiai yra nedideli.

15

Siūlomą išradimą iliustruoja žemiau pateikti pavyzdžiai.

1 pavyzdys (palyginamasis)

20

Į 15 mm vamzdinį reaktorių padavėme (sunaudojimas per valandą)

- 157 l 57,5 %-nės azoto rūgšties,

25

- 33,5 kg dujinio amoniako 20°C temperatūroje.

Dėl to susidarė tirštas rūkas. Bandymą baigėme po kelių minučių. Amonio nitrato nuostoliai buvo apie 40%.

30

2 pavyzdys

Į įrenginį, kurio schema pavaizduota pridedamame brėžinyje, su tokiu pačiu vamzdiniu reaktoriumi, kaip ir 1 pavyzdžio atveju, padavėme (sunaudojimas per valandą)

35

- 218,4 l 57,5 %-nės azoto rūgšties 20°C temperatūroje,

- 46 kg dujinio amoniako 60°C temperatūroje,
- 1000 kg gražinamo 92 %-nio amonio nitrato tirpalo 150°C temperatūroje.

5

Tokio įrenginio našumas buvo 1230 kg/val 91,2% amonio nitrato tirpalo 140°C temperatūroje. Bendri azoto nuostoliai buvo 5,8%, skaičiuojant nuo bendro azoto kiekio, įvedamo su HNO_3 ir NH_3 .

10

3 pavyzdys

Į tokį patį įrenginį, kaip ir 2 pavyzdžio atveju, padavėme (sunaudojimas per valandą)

15

- 373 l 57,5 %-nės azoto rūgšties 20°C temperatūroje,
- 76,8 kg dujinio amoniako 80°C temperatūroje,

20

- 700 kg gražinamo 92%-nio amonio nitrato tirpalo 150°C temperatūroje, į kurią buvo įvesta 1,2 kg NH_3 .

25

Įrenginio našumas, dirbant šiuo režimu, buvo 1120 kg/val silpnai rūgštaus (laisvos HNO_3 koncentracija buvo 6 g vienam litrui tirpalo) 92,4 %-nio amonio nitrato tirpalo 155°C temperatūroje. Bendri azoto nuostoliai buvo iki 0,15%.

4 pavyzdys

30

Į tokį patį įrenginį, kaip ir 2 pavyzdžio atveju, padavėme (sunaudojimas per valandą)

35

- 480 l 57,5 %-nės azoto rūgšties, pašildytos iki 45°C,
- 97,5 kg dujinio amoniako 58°C temperatūroje.

Įrenginio našumas, dirbant šiuo režimu, buvo 518 kg/val silpnai rūgštaus 88,3 %-nio amonio nitrato tirpalo 148°C temperatūroje.

- 5 Bendri azoto nuostoliai buvo iki 0,6%.

IŠRADIMO APIBRĖŽTIS

1. Koncentruoto amonio nitrato tirpalo gavimo būdas, neutralizuojant azoto rūgštį amoniaku, b e s i s k i -
5 r i a n t i s tuo, kad neutralizaciją atlieka vamz-
diniame reaktoriuje.
2. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
10 tuo, kad bendras reagentų sunaudojimas atitinka mažesnę
nei 150 kg/val.cm² našumą, ir neutralizaciją atlieka,
esant gražinamam į reaktorių amonio nitrato tirpalui.
3. Būdas pagal 2 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
15 tuo, kad santykis tarp gražinamo ir susidarančio tir-
palo yra ribose nuo 1 iki 5.
4. Būdas pagal 1 punktą, b e s i s k i r i a n t i s
20 tuo, kad bendras reagentų sunaudojimas atitinka didesnę
nei 150 kg/val.cm² našumą, ir reakciją atlieka be amo-
nio nitrato tirpalo cirkuliacijos.
5. Būdas pagal 2 ir 3 punktus, b e s i s k i r i a n -
t i s tuo, kad įrenginyje yra bent vamzdinis
reaktorius (R) su tiektuvais reagentų (HNO₃ ir NH₃)
25 įvedimui į jį, bent separatorius (S) susidarančio kon-
centruoto amonio nitrato tirpalo atskyrimui nuo garų ir
bent priemonė, skirta amonio nitrato tirpalo gražinimui
į vamzdinį reaktorių, kuris yra aprūpintas tiektuvais,
skirtais paduoti į jį gražinamą tirpalą.