



**ФЕДЕРАЛЬНАЯ СЛУЖБА
ПО ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

(21)(22) Заявка: 2010128018/05, 06.07.2010

(24) Дата начала отсчета срока действия патента:
06.07.2010

Приоритет(ы):

(22) Дата подачи заявки: 06.07.2010

(43) Дата публикации заявки: 20.01.2012 Бюл. № 2

(45) Опубликовано: 20.04.2012 Бюл. № 11

(56) Список документов, цитированных в отчете о поиске: SU 1431816 A1, 23.10.1988. SU 1587013 A1, 23.08.1990. GB 191311312 A, 14.05.1914. CN 101269825 A, 24.09.2008. ПОЗИН М.Е. Технология минеральных солей. - Л.: Химия, 1974, т.П, с.1255.

Адрес для переписки:

606037, Нижегородская обл., г. Дзержинск,
ул. Буденного, 21-А, кв.193, И.С.Никандрову

(72) Автор(ы):

**Никандров Игорь Семенович (RU),
Никандров Михаил Игоревич (RU)**

(73) Патентообладатель(и):

**Никандров Игорь Семенович (RU),
Никандров Михаил Игоревич (RU)****(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ХЛОРИСТОГО АММОНИЯ**

(57) Реферат:

Изобретение может быть использовано в химической промышленности. Хлористый водород из отходящих газов производства органических хлорсодержащих веществ абсорбируют раствором хлористого аммония. Полученный солянокислый щелок нейтрализуют аммиаком, охлаждают полученный раствор хлористого аммония и отделяют выпавшие кристаллы. Абсорбцию ведут в две ступени. Абсорбер первой стадии орошают раствором хлористого аммония, полученным нейтрализацией аммиаком солянокислого щелока до значения рН,

равного 2,5-3, после второй стадии абсорбции. Абсорбер второй стадии орошают фильтратом после отделения кристаллов хлористого аммония, выпавших из нейтрализованного аммиаком солянокислого щелока до значения рН, равного 4,5-5, после первой стадии абсорбции. Способ позволяет повысить степень абсорбции хлористого водорода из отходящих газов, снизить выделение паров аммиака в газовую фазу при нейтрализации щелока и выделении кристаллов хлористого аммония при исключении образования взрывоопасного хлористого азота. 7 пр.

RU 2 448 045 C2

RU 2 448 045 C2



FEDERAL SERVICE
FOR INTELLECTUAL PROPERTY

(12) **ABSTRACT OF INVENTION**(21)(22) Application: **2010128018/05, 06.07.2010**(24) Effective date for property rights:
06.07.2010

Priority:

(22) Date of filing: **06.07.2010**(43) Application published: **20.01.2012 Bull. 2**(45) Date of publication: **20.04.2012 Bull. 11**

Mail address:

**606037, Nizhegorodskaja obl., g. Dzerzhinsk, ul.
Budennogo, 21-A, kv.193, I.S.Nikandrovu**

(72) Inventor(s):

**Nikandrov Igor' Semenovich (RU),
Nikandrov Mikhail Igorevich (RU)**

(73) Proprietor(s):

**Nikandrov Igor' Semenovich (RU),
Nikandrov Mikhail Igorevich (RU)**(54) **METHOD OF PRODUCING AMMONIUM CHLORIDE**

(57) Abstract:

FIELD: chemistry.

SUBSTANCE: hydrogen chloride from waste gases from production of organic chlorine-containing substances is absorbed with ammonium chloride solution. The obtained chloride liquor is neutralised with ammonia, the obtained ammonium chloride solution is cooled and the precipitated crystals are separated. Absorption takes place in two steps. At the first step, the absorber is sprinkled with ammonium chloride solution obtained by neutralising chloride liquor with ammonia to pH 2.5-3 after the second absorption step. At the second step, the

absorber is sprinkled with the filtrate obtained after separating ammonium chloride crystals precipitated from chloride liquor which is neutralised with ammonia to pH 4.5-5 after the first absorption step.

EFFECT: invention increases degree of absorption of hydrogen chloride from waste gases, reduces release of ammonia vapour into the gas phase during liquor neutralisation and extraction of ammonium chloride crystals while preventing formation of explosive nitrogen chloride.

7 ex

RU 2 448 045 C 2

RU 2 448 045 C 2

Предлагаемое изобретение относится к технике получения хлористого аммония жидкофазной нейтрализацией хлористого водорода аммиаком.

Обычно первоначально раствором хлористого аммония поглощают синтетический хлористый водород [1, 2]. Затем солянокислый щелок нейтрализуют аммиаком до содержания свободного аммиака в растворе 3 г/л. Недостатком данного процесса является выделение паров аммиака при нейтрализации щелока и кристаллизации из нейтрализованного раствора хлористого аммония, которые удаляются с газами аспирации на стадию очистки отходящих газов.

Применение синтетического хлористого водорода позволяет обеспечить высокую чистоту получаемой соли, но значительно удорожает ее.

Более экономично получение хлористого аммония с использованием хлористого водорода из отходящих газов. Однако при этом по существующей технологии очистка газов от паров аммиака еще более затрудняется, и процесс становится экологически малосовершенным.

В качестве прототипа нами принят способ, описанный в [1].

Задачей предлагаемого изобретения является разработка способа получения хлористого аммония, позволяющего использовать в качестве источника хлористого водорода отходящие газы различных производств, например производства хлорорганических веществ, обеспечивающего высокую степень абсорбции хлористого водорода из абгазов и снижение выноса паров аммиака при нейтрализации щелока.

Поставленная цель достигается разделением абсорбции хлористого водорода раствором хлористого аммония на две стадии с промежуточной нейтрализацией солянокислого щелока аммиаком, исключая образование в щелоке значительных концентраций свободной соляной кислоты, снижающим интенсивность тепловыделения на заключительной нейтрализации солянокислого щелока, а также исключением образования в растворе на стадии промежуточной нейтрализации свободного аммиака, регулируемым сохранением в нем присутствия некоторого количества свободной соляной кислоты.

Таким образом, целью изобретения является увеличение степени абсорбции хлористого водорода из используемых отходящих газов, снижение выделения паров аммиака в газовую фазу при нейтрализации щелока и выделении кристаллов хлористого аммония, при сохранении условий, исключая образование взрывоопасного хлористого азота.

Пример 1.

Газ, содержащий 16 мас.% хлористого водорода, 81 мас.% азота и 3 мас.% кислорода, пропускали через графитовый трубчатый охлаждаемый абсорбер, орошаемый раствором, содержащим 30,7 мас.% NH_4Cl и 0,02 мас.% HCl с pH 2,5 и температурой 70°C. Раствор из абсорбера нейтрализовали жидким аммиаком до pH 4,5 и охлаждали до 20°C.

Выпавшие кристаллы отделяли на фильтре и сушили при температуре 40-45°C. Фильтрат с содержанием 26 мас.% NH_4Cl и 0,05 мас.% NH_3 , нагретый до температуры 70°C, подали на орошение второго абсорбера, через который пропускали газы, уходящие из первого абсорбера. Доля хлористого водорода в газе, уходящем из второго абсорбера, составляет 1,2 мас.%. Общая степень абсорбции хлористого водорода равна 95,0%.

Раствор из второго абсорбера нейтрализовали аммиаком до pH 2,5 и подавали на орошение первого абсорбера.

В газовой фазе реактора-нейтрализатора находилось 2,0 мас.% паров аммиака.

Степень поглощения аммиака составила 99,2%.

Расход аммиака составил 0,320 т на 1 т хлористого аммония.

Пример 2.

5 В условиях, аналогичных примеру 1, первый абсорбер орошали раствором, содержащим 30,7 мас.% NH_4Cl и 0,018 мас.% HCl с рН 3, а второй абсорбер раствором, содержащим 26 мас.% NH_4Cl и 0,05 мас.% NH_3 с рН 4,6. Раствор из первого абсорбера нейтрализовали до рН 4,6, а из второго абсорбера до рН 3. При этом общая степень абсорбции хлористого водорода составила 95,0%. Газовая фаза в нейтрализаторе
10 содержала 2,0 мас.% паров аммиака составила 99,2%. Расход аммиака составил 0,330 т/т.

Пример 3.

15 В условиях, аналогичных примеру 1, первый абсорбер орошали раствором, содержащим 30,7 мас.% NH_4Cl и 0,010 мас.% HCl с рН 4,3, а второй абсорбер раствором, содержащим 26 мас.% NH_4Cl и 0,05 мас.% NH_3 с рН 4,5. Раствор из первого абсорбера нейтрализовали до рН 4,65, а из второго абсорбера до рН 4,3. При этом общая степень абсорбции хлористого водорода составила 95,0%. Газовая фаза в
нейтрализаторе содержала 2,1 мас.% паров аммиака, а степени поглощения аммиака
20 составила 99,1%. Расход аммиака составил 0,320 т/т.

Пример 4.

25 В условиях, аналогичных примеру 1, первый абсорбер орошали раствором, содержащим 30,7 мас.% NH_4Cl и 0,025 мас.% HCl с рН 2,2, а второй абсорбер раствором, содержащим 26 мас.% NH_4Cl и 0,05 мас.% NH_3 с рН 4,6. Раствор из первого абсорбера нейтрализовали до рН 4,6, а из второго абсорбера до рН 2,2. При этом
общая степень абсорбции хлористого водорода составила 94,9%. Газовая фаза в
нейтрализаторе содержала 0,05 мас.% паров аммиака, а степень поглощения аммиака
составляла 99,2%. Расход аммиака составил 0,320 т/т.

30 Пример 5.

В условиях, аналогичных примеру 1, первый абсорбер орошали раствором, содержащим 30,7 мас.% NH_4Cl и 0,018 мас.% HCl с рН 2,9, а второй абсорбер раствором, содержащим 26 мас.% NH_4Cl и 0,07 мас.% NH_3 с рН 5. Раствор из первого
35 абсорбера нейтрализовали до рН 5, а из второго абсорбера до рН 2,9. При этом общая степень абсорбции хлористого водорода составила 95,0%. Газовая фаза в
нейтрализаторе содержала 2,3 мас.% паров аммиака, а степень поглощения аммиака
составляла 99,05%. Расход аммиака составил 320,2 т/т.

Пример 6.

40 В условиях, аналогичных примеру 1, первый абсорбер орошали раствором, содержащим 30,7 мас.% NH_4Cl и 0,018 мас.% HCl с рН 2,8, а второй абсорбер раствором, содержащим 26 мас.% NH_4Cl и 0,26 мас.% NH_3 с рН 5,7. Раствор из первого абсорбера
нейтрализовали до рН 5,7, а из второго абсорбера до рН 2,8. При этом
45 общая степень абсорбции хлористого водорода составила 95,0%. Газовая фаза в
нейтрализаторе содержала 5 мас.% паров аммиака, а степень поглощения аммиака
составляла 93%. Расход аммиака составил 321,4 т/т.

Пример 7.

50 В условиях, аналогичных примеру 1, первый абсорбер орошали раствором, содержащим 30,7 мас.% NH_4Cl и 0,019 мас.% HCl с рН 2,7, а второй абсорбер раствором, содержащим 26 мас.% NH_4Cl и 0,012 мас.% HCl с рН 3,8. Раствор из первого абсорбера
нейтрализовали до рН 3,8, а из второго абсорбера до рН 2,7. При этом
общая степень абсорбции хлористого водорода составила 93,2%. Газовая фаза в

нейтрализаторе содержала 1,4 мас.% паров аммиака, а степень поглощения аммиака составляла 99,4%. Расход аммиака составил 322,0 т/т.

Увеличение степени нейтрализации солянокислого щелока после абсорбера второй степени сверх значения рН 3 не желательно в связи с возникновением условий образования хлористого азота.

Повышение рН нейтрализации щелока после первой ступени сверх значений рН 4,5-5, что характерно для прототипа рН 5,7-6,0, что приводит к увеличению выделения паров аммиака в газовую фазу в реакторе нейтрализаторе и в кристаллизаторе.

Снижение рН нейтрализованного щелока ниже рН 4,5 приводит к уменьшению выхода хлористого аммония.

Таким образом, разделение абсорбции на 2 стадии, позволяющее уменьшить долю свободной соляной кислоты в абсорбционном растворе на выходе из абсорбера второй степени, позволяет понизить остаточную концентрацию хлористого водорода в отходящем газе, подаваемом на санитарную очистку до 1,2 мас.% (в 1,9 раза).

Понижение рН нейтрализованного раствора перед кристаллизацией хлористого аммония до рН 4,5-5 позволяет понизить долю аммиака в газах, уходящих из нейтрализатора (в 2,5 раза) и снизить расходный коэффициент аммиака до 320 т на 1 т хлористого аммония (на 0,5 кг/т). В результате уменьшаются также затраты на санитарную очистку отходящих газов, технологический процесс становится более экологичным.

Источники информации

1. В.А.Клевка, Н.Н.Поляков, Л.З.Арсеньева. Технология азотных удобрений. М.: Госхимиздат, 1963. - 392 с.

2. М.Е.Позин и др. Технология минеральных солей. Т.2. Л.: Химия, 1974, - 253 с.

Формула изобретения

Способ получения хлористого аммония из отходящих газов производства органических хлорсодержащих веществ абсорбцией хлористого водорода раствором хлористого аммония, нейтрализацией полученного солянокислого щелока аммиаком, охлаждением полученного раствора хлористого аммония и отделением выпавших кристаллов, отличающийся тем, что абсорбцию ведут в 2 ступени, орошая абсорбер первой стадии раствором хлористого аммония, полученным нейтрализацией аммиаком до значения рН 2,5-3 солянокислого щелока после второй стадии абсорбции, а на второй стадии абсорбер орошают фильтратом после отделения кристаллов хлористого аммония, выпавших из нейтрализованного аммиаком до рН 4,5-5 солянокислого щелока после первой стадии абсорбции.