

(19)



Евразийское
патентное
ведомство

(21) 202490127 (13) A1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОЙ ЗАЯВКЕ

(43) Дата публикации заявки
2024.04.26

(51) Int. Cl. C01C 1/16 (2006.01)
B01J 4/02 (2006.01)
B01D 9/02 (2006.01)

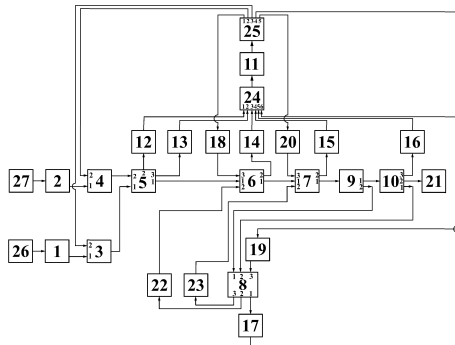
(22) Дата подачи заявки
2024.01.10

(54) АВТОМАТИЧЕСКАЯ СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ ПРОЦЕССОМ ПОЛУЧЕНИЯ
БИФТОРИДА АММОНИЯ

(96) KZ2024/001 (KZ) 2024.01.10
(71) Заявитель:
ТОВАРИЩЕСТВО
С ОГРАНИЧЕННОЙ
ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ
"ХЕМИКАЛ ИНЖИНИРИНГ" (KZ)

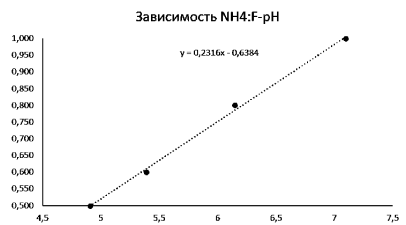
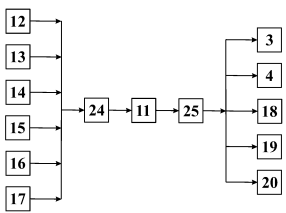
(72) Изобретатель:
Дёмкин Алексей Григорьевич (RU),
Жумашев Калкаман, Жилисбаев
Санжар Маратович, Сырцов
Роман Игоревич, Ибраев Аблайхан
Бауржанович (KZ), Дёмкина Елена
Александровна (RU)

(57) Изобретение относится к способам получения в автоматическом режиме неорганических соединений, в том числе к получению бифторидов аммония. Технологическое оборудование для реализации известного способа включает накопительные ёмкости для исходных компонентов, насосы подачи компонентов в реактор и технологически связанные реактор, выпарной аппарат и кристаллизатор суспензии. В системе использован ёмкостной реактор с перемешивающим устройством, в состав системы дополнительно включены: ёмкость для маточного раствора, нутч-фильтр с вакуумным устройством, сушилка кипящего слоя с дозатором и микропроцессорное устройство управления работой технологического оборудования, в качестве насосов подачи компонентов использованы управляемые по расходу с дозированной выдачей компонентов насосы-дозаторы, в состав системы также включены: размещённый в ёмкостном реакторе рН-метр, размещённые в реакторе, выпарном аппарате, кристаллизаторе, дозаторе и ёмкости для маточного раствора датчики температуры, размещённые в выпарном аппарате и ёмкости для маточного раствора нагревательные устройства (ТЭНы) и размещённое в кристаллизаторе устройство охлаждения.



202490127 A1

202490127 A1



АВТОМАТИЧЕСКАЯ СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ ПРОЦЕССОМ ПОЛУЧЕНИЯ БИФТОРИДА АММОНИЯ

Изобретение относится к способам получения в автоматическом режиме неорганических соединений, в том числе, к получению бифторидов аммония.

Произведённый бифторид аммония может использоваться в том числе при проведении ремонтно-восстановительных работ на скважинах и при проведении других технологических работ.

Получение фтористого аммония прямым синтезом впервые было раскрыто в А.с.СССР №53220, МПК С01С 1/16, опубл. 31.05.1938 г «Способ получения фтористого аммония».

Известен способ получения фторида аммония по Евраз.Пат №036883, МПК С01С 1/16, опубл. 11.01.2021 г.; способ получения бифторида аммония по А.с.СССР №742380, МПК С01С 1/16, опубл. в БИ №23, 1980 г.; способ получения бифторида аммония по А.с.СССР №1407905, МПК С01С 1/16, опубл. в БИ №25, 1988 г.; способ получения бифторида аммония по Пат.РФ №2038299, МПК С01С 1/16, опубл. 27.06.1995 г. и другие, общим недостатком которых являются низкие технические характеристики, в частности, низкая технологичность основного процесса, для ведения процесса требуется значительное количество человеческого труда.

Технических решений, а именно, способов получения бифторидов аммония в автоматическом режиме в технической и патентной литературе, а также в других доступных источниках, не выявлено.

Наиболее близким по технической сущности к предлагаемому является способ получения аммония фтористого кислого по А.с.СССР №1058882, МПК С01С 1/16, опубл. в БИ №45, 1983 г. Данное техническое решение принято за прототип к предлагаемому.

Технологическое оборудование для реализации известного способа включает накопительные ёмкости для исходных компонентов, насосы подачи компонентов в реактор и технологически связанные реактор, выпарной аппарат и кристаллизатор суспензии.

К недостаткам известного технического решения относятся ограниченные функциональные возможности и низкие технические характеристики, а именно, отсутствие возможности в автоматическом режиме контроля и управления процессом получения бифторида аммония. Устранение

субъективного человеческого фактора при контроле и управлении процессом получения бифторида аммония позволит повысить выход готового продукта – бифторида аммония при обеспечении оптимальных технологических параметров (режимов работы) оборудования.

Технический результат от использования предлагаемого изобретения заключается в расширении функциональных возможностей и в улучшении технических характеристик используемого для получения бифторида аммония технологического оборудования, в том числе обеспечения протекания самого процесса в автоматическом режиме.

Указанный технический результат достигнут за счёт того, что в автоматической системе управления процессом получения бифторида аммония, содержащей накопительные ёмкости для исходных компонентов, насосы подачи компонентов в реактор и технологически связанные реактор, выпарной аппарат и кристаллизатор суспензии, использован ёмкостной реактор с перемешивающим устройством, в состав системы дополнительно включены: ёмкость для маточного раствора, нутч-фильтр с вакуумным устройством, сушилка кипящего слоя с дозатором и микропроцессорное устройство управления работой технологического оборудования, в качестве насосов подачи компонентов использованы управляемые по расходу с дозированной выдачей компонентов насосы-дозаторы, в состав системы также включены: размещённый в ёмкостном реакторе рН-метр, размещённые в реакторе, выпарном аппарате, кристаллизаторе, дозаторе и ёмкости для маточного раствора датчики температуры, размещённые в выпарном аппарате и ёмкости для маточного раствора нагревательные устройства (ТЭНы) и размещённое в кристаллизаторе устройство охлаждения, при этом выход кристаллизатора через нутч-фильтр связан со входом сушилки, вторые выходы нутч-фильтра и сушилки связаны, соответственно, с первым и вторым входами ёмкости для маточного раствора, второй и третий выходы которого через насосы-дозаторы связаны со вторыми входами выпарного аппарата и кристаллизатора, выход рН-метра и выходы всех датчиков температуры через преобразовательное устройство связаны со входами микропроцессорного устройства управления, выход которого через преобразовательное устройство связан со вторыми входами управляемых насосов-дозаторов подачи исходных компонентов и со входами нагревательных устройств выпарного аппарата и ёмкости для маточного раствора, а также со входом устройства охлаждения кристаллизатора.

Изобретение дополнительно иллюстрировано, где на фиг.1 приведена блок-схема используемого для реализации автоматической системы технологического оборудования; на фиг.2 – схема взаимодействия микропроцессорного устройства управления с функциональными элементами системы; на фиг.3 – график зависимости NH_4F от pH (например, при температуре 17°C).

Автоматическая система управления процессом получения бифторида аммония (NH_4HF_2) содержит накопительные ёмкости 1 и 2 для исходных компонентов, например, для плавиковой кислоты (HF) и аммиачной воды (аммиака водного – NH_3). В состав системы входят насосы 3 и 4 подачи компонентов, соответственно, плавиковой кислоты и аммиачной воды, технологически связанные реактор 5, выпарной аппарат 6 и кристаллизатор 7 суспензии.

В соответствии с предлагаемым изобретением в состав системы дополнительно включены: ёмкость 8 для маточного раствора, нутч-фильтр 9 с вакуумным устройством, сушилка 10 с кипящим слоем и дозатором, и микропроцессорное устройство управления 11 работой технологического оборудования.

В качестве насосов 3 и 4 подачи компонентов использованы управляемые по расходу с дозированной выдачей компонентов насосы-дозаторы, например, насосы-дозаторы мембранного типа TeknaEVO фирмы SEKO.

В состав системы также включены размещённый в реакторе 5 pH-метр 12 (например, pH-метр Экотест-2000-И), размещённые в реакторе 5, выпарном аппарате 6, кристаллизаторе 7, сушилке 10 и ёмкости 8 для маточного раствора датчики температуры, соответственно, 13, 14, 15, 16 и 17.

В состав системы также включены размещённые в выпарном аппарате 6 и ёмкости для маточного раствора 8 нагревательные устройства (ТЭНы), соответственно, 18 и 19, а также размещённое в кристаллизаторе 7 устройство охлаждения 20.

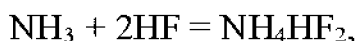
Первый выход кристаллизатора 7 через нутч-фильтр 9 связан со входом сушилки 10, первый выход которого связан со входом промежуточной ёмкости 21.

Вторые выходы нутч-фильтра 9 и сушилки 10 связаны, соответственно, с первым и вторым входами ёмкости 8 для маточного раствора, выход которого через насосы-дозаторы 22 и 23 связан со вторыми входами выпарного аппарата 6 и кристаллизатора 7.

Выход рН-метра 12 и выходы всех датчиков температуры 13, 14, 15, 16 и 17 через преобразовательное устройство 24 связаны, соответственно, с 1, 2, 3, 4, 5 и 6 входами микропроцессорного устройства управления 11, выход которого через преобразовательное устройство 25 связан со вторыми входами управляемых насосов-дозаторов 3 и 4 подачи исходных компонентов и со входами нагревательных устройств 18 и 19, соответственно, выпарного аппарата 6 и ёмкости 8 для маточного раствора, а также со входом устройства охлаждения 20 кристаллизатора 7.

Автоматическая система управления процессом получения бифторида аммония функционирует следующим образом.

В накопительные ёмкости 1 и 2 (через первые входы) из складов 26 и 27 исходных компонентов (например, 27 – склад 25%-ной аммиачной воды и 26 – склад 40%-ной плавиковой кислоты) поступают исходные компоненты, например, аммиачная вода NH_3 и плавиковая кислота HF . Насосами-дозаторами 3 и 4 компоненты подаются в реактор 5, где с помощью рН-метра 12 выявляется мольное отношение исходных компонентов. При этом эмпирически, с помощью калибровочных растворов с одинаковым количеством фтора, по отличающимся соотношениям $\text{NH}_4:\text{F}$ найдены зависимости (фиг.3) для различных температур. В основу способа получения бифторида аммония положен прямой синтез бифторида аммония из плавиковой кислоты:



что достигается при мольном отношении (МО)

$$\text{NH}_4 : \text{F} = 0,5,$$

где NH_3 – аммиачная вода, HF – плавиковая кислота, NH_4HF_2 – бифторид аммония.

При недостижении требуемого мольного отношения по сигналу от рН-метра 12 по заранее заложенному алгоритму работы устройство 11 выдаёт команду насосу-дозатору 4 для дополнительного забора аммиачной воды из накопительной ёмкости 2.

По достижении требуемого мольного отношения, в реакторе 5 исходные реагенты за счёт интенсивного перемешивания реагируют с образованием требуемого продукта.

Прореагировавший раствор за счёт перепада уровня между реактором 5 и выпарным аппаратом 6 подаётся на первый вход выпарного аппарата 6, на второй вход которого из ёмкости 8 для маточного раствора насосом-дозатором 22 подаётся маточный раствор, также являющийся раствором бифторида

аммония. Такая дополнительная подача маточного раствора производится для полного использования исходных реагентов.

В выпарном аппарате 6 за счёт нагрева в нагревательном устройстве 18 (ТЭНа), раствор теряет часть воды, удаляемой из аппарата 6 в виде пара. Концентрация в выпарном аппарате 6 определялась по температуре кипения раствора. При этом температура кипения в растворе поддерживалась регулированием за счёт дополнительной подачи аммиачной воды.

Концентрированный раствор подаётся на первый вход кристаллизатора 7, в котором, при интенсивном перемешивании происходит теплообмен между раствором и теплообменными трубами устройства охлаждения 20. При этом, в теплообменных трубах течёт охлаждённая вода, которая, нагреваясь, забирает часть тепла из раствора. Раствор охлаждается с образованием кристаллического бифторида аммония. Весь процесс кристаллизации осуществляется в непрерывном режиме, в результате чего поддерживается требуемое фиксированное отношение «раствор : кристаллы», что приводит к накоплению суспензии фиксированного состава и температуры, а за счёт непрерывной интенсивной циркуляции суспензия находится во взвешенном состоянии.

По мере накопления суспензии её часть из кристаллизатора 7 сливается в нутч-фильтр 9, в котором, за счёт образованного внутри вакуума, суспензия проходит через фильтроткань, что приводит к отделению кристаллов от маточного раствора. Маточный раствор сливается из вакуумной камеры в ёмкость 8 для маточного раствора, а отделенные от раствора влажные кристаллы бифторида аммония ссыпаются в сушилку 10. В сушилке 10 кипящего слоя, за счёт подачи сквозь взвешенный слой материала горячего воздуха, кристаллы высушиваются и ссыпаются в промежуточную ёмкость 21, из которой готовая продукция (бифторид аммония) растаривается по упаковкам.

Охлаждённый воздух из сепаратора сушилки 10 (аппарата кипящего слоя) содержащий частички пыли, подаётся в циклон, где происходит отделение пыли от воздуха. Очищенный воздух возвращается в систему газоочистки, а пыль подаётся в ёмкость 8 для маточного раствора, где и растворяется в маточном растворе.

Находящийся в ёмкости 8 для маточного раствора маточный раствор, нагреваясь от нагревательного устройства 19 (ТЭН), поддерживает бифторид аммония в растворённом состоянии. Подогретый маточный раствор насосами-дозаторами 22 и 23 подаётся на вторые входы выпарного аппарата 6 и

кристаллизатора 7. Такая дополнительная подача подогретого маточного раствора обеспечивает поддержание требуемых технологических параметров, а именно, температуры кипения раствора в выпарном аппарате 6 и поддержание кристаллической фазы в суспензии кристаллизатора 7.

За счёт использования охладительной кристаллизации с использованием устройства охлаждения 20 кристаллизатора образованы кристаллы бифторида аммония больших размеров.

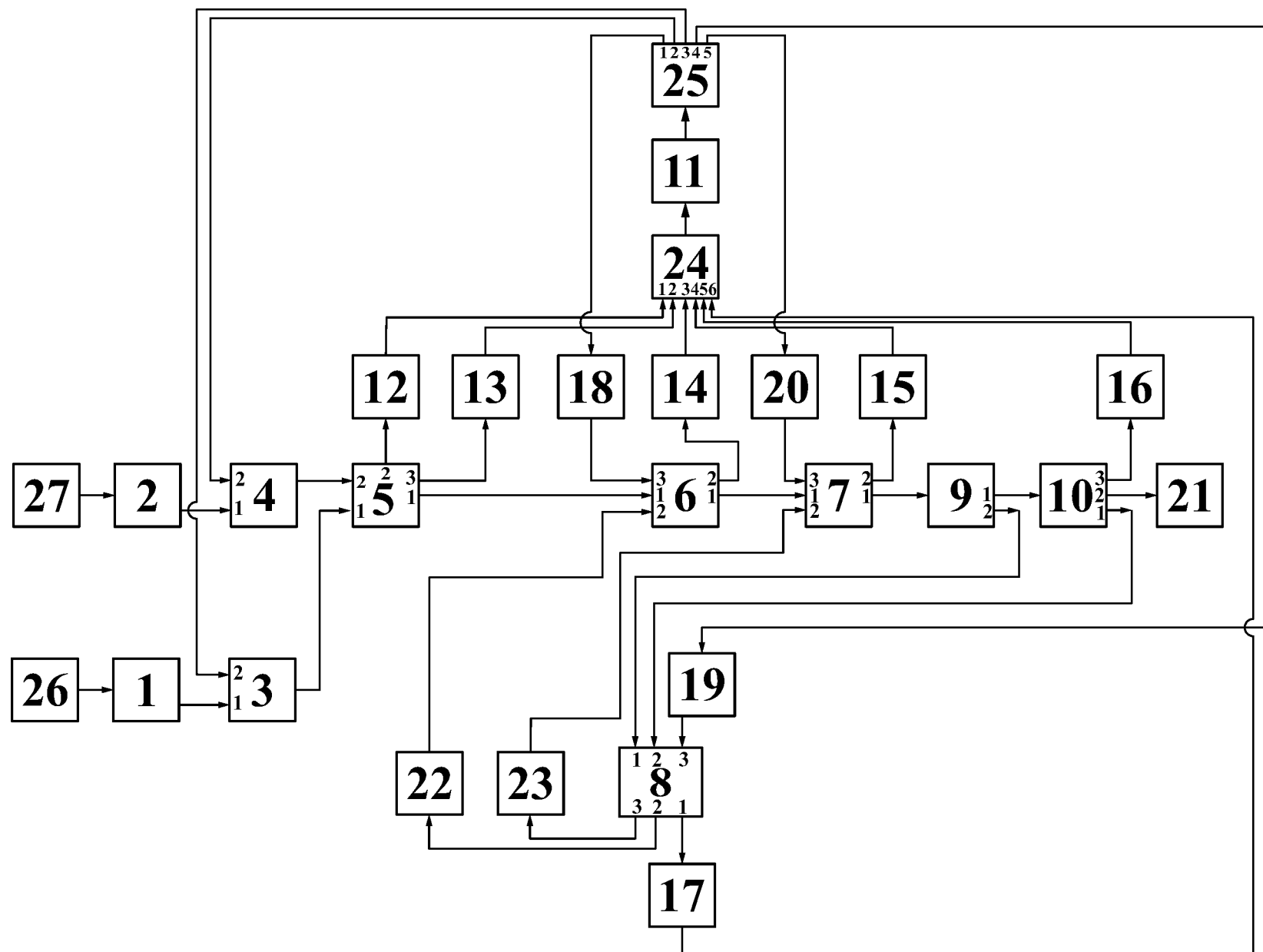
В системе использован оригинальный термостатируемый ёмкостный реактор с перемешивающим устройством (конструкция реактора на фиг. не представлена и в материалах данной заявки не раскрывается).

Были использованы отечественные реагенты, например, плавиковая кислота АП «Ульбинского металлургического завода» по СТ РК 2503-2014 «Кислота фтористоводородная (плавиковая). Технические условия», «Аммиак водный технический» по ГОСТ 9-92 марки А ОКП 21 3325 0200, а полученная в результате готовая продукция – бифторид аммония (аммоний фтористый кислый) соответствует требованиям ГОСТ 9546-75 «Реактивы. Аммоний фтористый кислый».

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

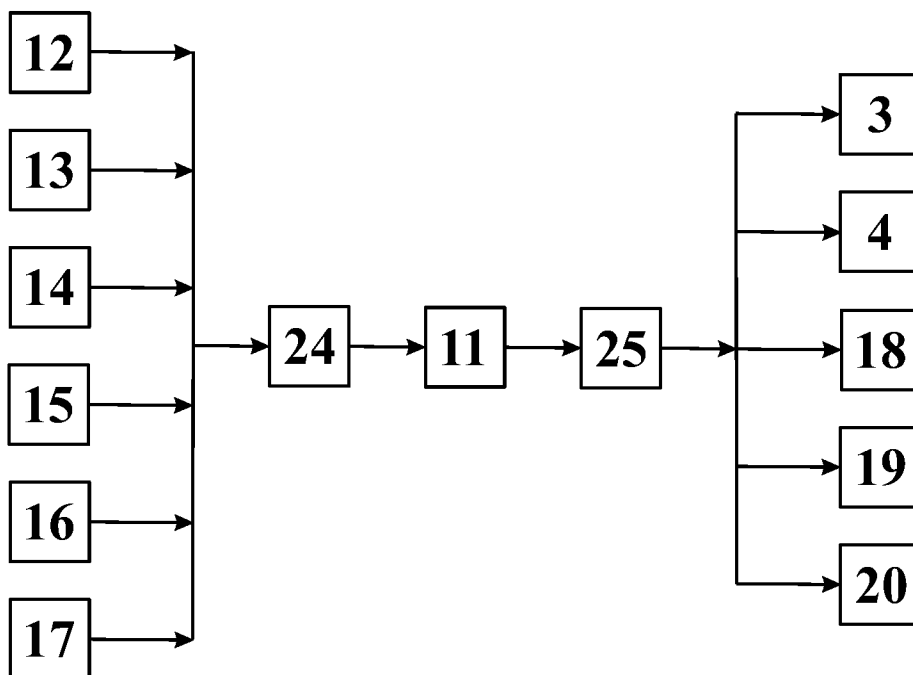
Автоматическая система управления процессом получения бифторида аммония, содержащая накопительные ёмкости для исходных компонентов, насосы подачи компонентов в реактор и технологически связанные реактор, выпарной аппарат и кристаллизатор суспензии, ОТЛИЧАЮЩАЯСЯ тем, что в системе использован ёмкостной реактор с перемешивающим устройством, в состав системы дополнительно включены: ёмкость для маточного раствора, нутч-фильтр с вакуумным устройством, сушилка кипящего слоя с дозатором и микропроцессорное устройство управления работой технологического оборудования, в качестве насосов подачи компонентов использованы управляемые по расходу с дозированной выдачей компонентов насосы-дозаторы, в состав системы также включены: размещённый в ёмкостном реакторе рН-метр, размещённые в реакторе, выпарном аппарате, кристаллизаторе, дозаторе и ёмкости для маточного раствора датчики температуры, размещённые в выпарном аппарате и ёмкости для маточного раствора нагревательные устройства (ТЭНы) и размещённое в кристаллизаторе устройство охлаждения, при этом выход кристаллизатора через нутч-фильтр связан со входом сушилки, вторые выходы нутч-фильтра и сушилки связаны, соответственно, с первым и вторым входами ёмкости для маточного раствора, второй и третий выходы которого через насосы-дозаторы связаны со вторыми входами выпарного аппарата и кристаллизатора, выход рН-метра и выходы всех датчиков температуры через преобразовательное устройство связаны со входами микропроцессорного устройства управления, выход которого через преобразовательное устройство связан со вторыми входами управляемых насосов-дозаторов подачи исходных компонентов и со входами нагревательных устройств выпарного аппарата и ёмкости для маточного раствора, а также со входом устройства охлаждения кристаллизатора.

АВТОМАТИЧЕСКАЯ СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ ПРОЦЕССОМ ПОЛУЧЕНИЯ БИФТОРИДА АММОНИЯ



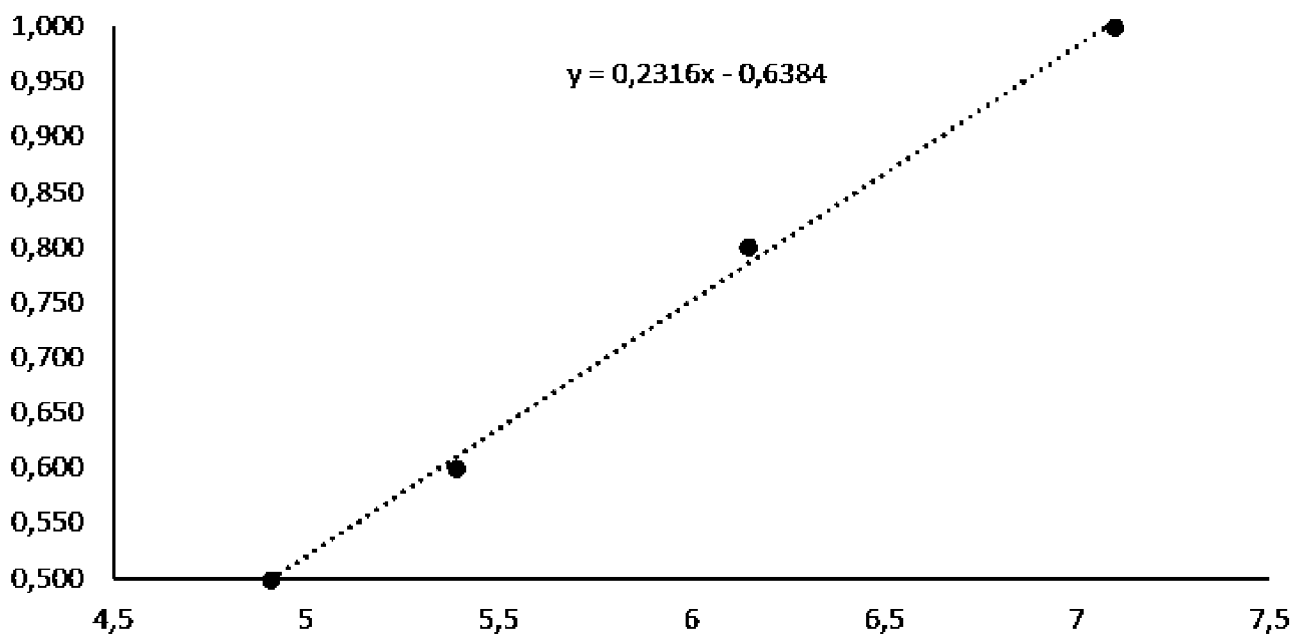
Фиг.1

АВТОМАТИЧЕСКАЯ СИСТЕМА УПРАВЛЕНИЯ ПРОЦЕССОМ
ПОЛУЧЕНИЯ БИФТОРИДА АММОНИЯ



Фиг.2

Зависимость $\text{NH}_4\text{:F-pH}$



Фиг.3

ОТЧЕТ О ПАТЕНТНОМ ПОИСКЕ

(статья 15(3) ЕАПК и правило 42 Патентной инструкции к ЕАПК)

Номер евразийской заявки:

202490127**А. КЛАССИФИКАЦИЯ ПРЕДМЕТА ИЗОБРЕТЕНИЯ:**

МПК:

C01C 1/16 (2006.01)
 B01J 4/02 (2006.01)
 B01D 9/02 (2006.01)

СПК:

C01C 1/162
 B01J 4/008
 B01D 9/02
 Y02P 20/10

Б. ОБЛАСТЬ ПОИСКА:

B01D 9/02, B01J 4/02, C01C 1/16,

Электронная база данных, использовавшаяся при поиске (название базы и, если возможно, используемые поисковые термины)
 Espacenet, EAPATIS, Google Patents, «Поисковая платформа» Роспатент, Google, Яндекс

В. ДОКУМЕНТЫ, СЧИТАЮЩИЕСЯ РЕЛЕВАНТНЫМИ

Категория*	Ссылки на документы с указанием, где это возможно, релевантных частей	Относится к пункту №
A	SU 1058882 A1 (ПРЕДПРИЯТИЕ П/Я В-8469) 1983-12-07 весь документ	1
A	EA 036883 B1 (ЖУМАШЕВ КАЛКАМАН и др.) 2021-01-11 весь документ	1
A	KZ 17229 A (ТОВАРИЩЕСТВО С ОГРАНИЧЕННОЙ ОТВЕТСТВЕННОСТЬЮ "ИНСТИТУТ ВЫСОКИХ ТЕХНОЛОГИЙ") 2006-04-14 весь документ	1
A	CN 106348314 A (CHENGDE YINGKE FINE CHEMICAL LIMITED LIABILITY COMPANY) 2017-01-25 реферат, пар. [0028], [0029], [0034]-[0037]	1
A	CN 206051577 U (CHENGDE YINGKE FINE CHEMICAL CO., LTD.) 2017-03-29 реферат, пар. [0009]	1
A	CN 206051576 U (CHENGDE YINGKE FINE CHEMICAL CO., LTD.) 2017-03-29 реферат, пар. [0017], [0018]	1

 последующие документы указаны в продолжении графы

* Особые категории ссылочных документов:

«А» - документ, определяющий общий уровень техники

«D» - документ, приведенный в евразийской заявке

«E» - более ранний документ, но опубликованный на дату подачи евразийской заявки или после нее

«O» - документ, относящийся к устному раскрытию, экспонированию и т.д.

"P" - документ, опубликованный до даты подачи евразийской заявки, но после даты испрашиваемого приоритета"

«Т» - более поздний документ, опубликованный после даты приоритета и приведенный для понимания изобретения

«X» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий новизну или изобретательский уровень, взятый в отдельности

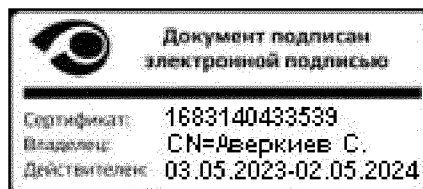
«Y» - документ, имеющий наиболее близкое отношение к предмету поиска, порочащий изобретательский уровень в сочетании с другими документами той же категории

«&» - документ, являющийся патентом-аналогом

«L» - документ, приведенный в других целях

Дата проведения патентного поиска: 13 февраля 2024 (13.02.2024)

Уполномоченное лицо:
 Начальник Управления экспертизы



С.Е. Аверкиев