

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

89 510

Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 30.10.73 (P. 166247)

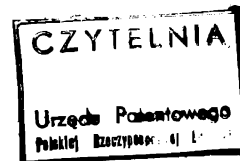
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.05.75

Opis patentowy opublikowano: 31.05.1977

MKP C01b 2/30

Int. Cl². C01B 2/30



Twórcy wynalazku: Jerzy Frankowski, Henryk Nawrot, Eustachy Sieja, Andrzej Krzystkiewicz, Maria Mosiek, Antoni Czerniak, Zygfryd Gawęłczyk

Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe „Kędzierzyn” (Polska)

Sposób regeneracji ługu miedziowego służącego do oczyszczania gazu syntezowego do produkcji amoniaku

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób regeneracji ługu miedziowego służącego do oczyszczania gazu syntezowego do produkcji amoniaku.

Ług miedziowy jest to roztwór soli miedziano-miedziowych w amoniaku, stosowany do usuwania resztek CO z gazu syntezowego. Proces ten znany pod nazwą „mycia miedziowego” prowadzi się pod wysokim ciśnieniem w skrubkach z wypełnieniem. Ług miedziowy po absorpcji poddawany jest regeneracji w celu usunięcia zaabsorbowanego tlenu i dwutlenku węgla oraz składników gazu syntezowego, wodoru i azotu.

Proces mycia miedziowego, w tym i regeneracja ługu miedziowego opisany jest między innymi w następujących publikacjach: Arthur L. Kohl, Fred C. Riesenfeld „Oczyszczanie gazu” WNT 1965 opis patentowy St. Zjedn. Am. nr 2.029.411 (1936) oraz opis patentowy St. Zjedn. Am. nr 2.047.550 (1936).

Regeneracja ługu miedziowego według znanych sposobów prowadzona jest przez rozprężenie ługu i ogrzanie go do temperatury 55—80°C zależnie od sposobu. Ług miedziowy po ogrzaniu jest stopniowo ochładzany do temperatury 10—15°C poprzez wymianę ciepła z ługiem kierowanym do regeneracji, chłodzenie wodą i chłodzenie amoniakiem. Zdesorbowane w czasie ogrzewania ługu gazy zawierające tlenek i dwutlenek węgla, amoniak, wódór, azot i parę wodną przemycia się niezregenerowanym ługiem miedziowym i/lub wodą.

Roztwór po myciu wodą zawiera 20—50 g NH_3 /

2

litry i 20—50 g CO_2 /litry i w zależności od sposobu regeneracji traktowany jest jako odpad i kierowany do kanalizacji, lub służy do produkcji wody amoniakalnej nawozowej, bądź odzyskuje się z niego amoniak dla uzupełnienia składu ługu miedziowego. Ubytki amoniaku z ługu miedziowego występujące w procesie absorpcji i regeneracji wymagają stałego uzupełnienia amoniaku. Dokonuje się tego poprzez destylację z parą wodną, bez stosowania refluksu, roztworu uzyskanego z przemycania gazów po regeneracji ługu i absorpcję składników zawartych w oparach z kolumny destylacyjnej, kolejno w roztworze zużytego ługu miedziowego bezpośrednio po skrubkach mycia miedziowego o temperaturze 20—25°C i w wodzie oraz przez dodawanie amoniaku syntetycznego do ługu, lub tylko przez dodawanie samego amoniaku syntetycznego. Kolumny, w których absorbuje się składniki oparów posiadają wypełnienie. Ług miedziowy po kontakcie z oparami ogrzewa się i poddaje regeneracji.

W opisanych sposobach destylacja roztworu, bez dochładzania oparów na szczycie kolumny daje opary o wysokiej temperaturze z przewagą pary wodnej, które z kolei w zetknięciu ze zużytym ługiem miedziowym o niskiej temperaturze prowadziły do całkowitej absorpcji takich niepożądanych składników jak dwutlenek węgla i para wodna i do nagromadzenia się ich w układzie technologicznym. Zastosowanie dwustopniowej absorpcji

tych składników, które z kolei musiały być desorbowane z ługu, przez ogrzewanie w kolejnych etapach regeneracji.

Istotą wynalazku jest to, że zregenerowany ług miedziowy uzupełnia się amoniakiem poprzez zetknięcie tego ługu, o temperaturze 35–55°C, w zbiorniku bez wypełnienia z oparami o temperaturze 65–75°C otrzymanymi z destylacji roztworu z przemywania gazów desorbujących się w czasie regeneracji ługu jak i innych odpadowych roztworów zawierających amoniak, powstających przy produkcji amoniaku lub nawozów azotowych. Destylację prowadzi się z zastosowaniem refluksu, to jest częściowej kondensacji oparów na szczycie kolumny destylacyjnej.

W porównaniu do znanych sposobów, sposób według wynalazku pozwala na selektywną absorpcję amoniaku z mieszaniny zawierającej amoniak, dwutlenek węgla i parę wodną przez dobór warunków sprzyjających selektywnej absorpcji. Ponadto sposób według wynalazku, poprzez użycie czynników o małej różnicy temperatur w procesie absorpcji powoduje, że kondensacja pary wodnej, z oparów zachodzi tylko częściowo, a zastosowanie refluksu na szczycie kolumny destylacyjnej zmniejsza udział pary wodnej w oparach. Z kolei zastosowanie zbiornika bez wypełnienia utrudnia absorpcję dwutlenku węgla, którego szybkość absorpcji w porównaniu do amoniaku jest dużo mniejsza.

Zastosowanie sposobu według wynalazku eliminuje nagromadzenie się dwutlenku węgla i wody w ługu miedziowym i zaburzenia technologiczne z tym związane.

Schemat sposobu regeneracji ługu miedziowego według wynalazku przedstawiono na rysunku.

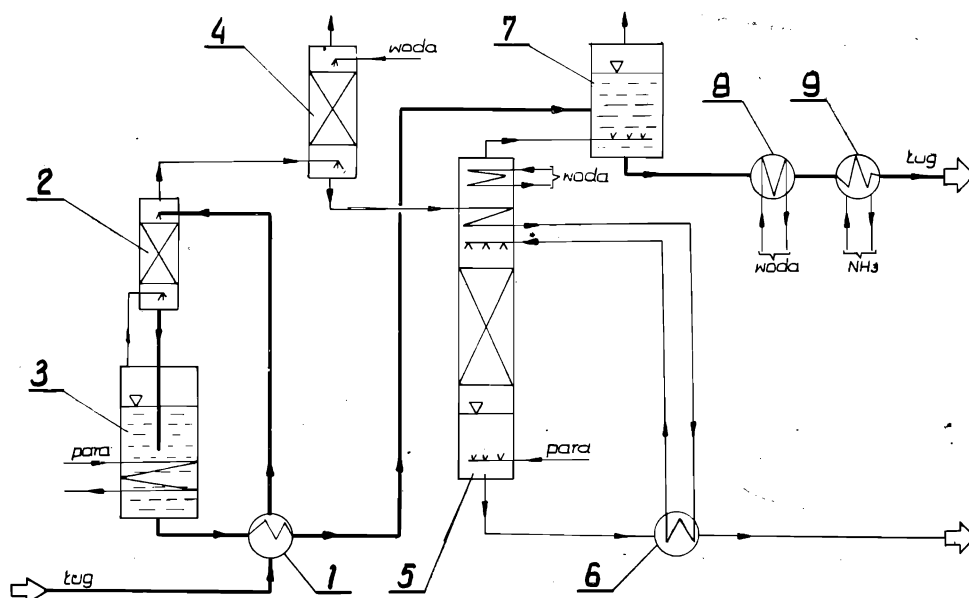
Przykład Zużyty ług miedziowy z mycia miedziowego gazu syntezowego przechodzi przez wymiennik 1, do kolumny 2 i podgrzewacza 3, gdzie ogrzewany jest parą wodną do temperatury 60°C. Gazy wydzielone w czasie ogrzewania zawierające tlenek węgla, dwutlenek węgla, amoniak i

parę wodną przechodzą przez kolumnę 2, gdzie stykają się z ługiem miedziowym dochodzącym do podgrzewacza 3 i kierowane są do kolumny 4, gdzie są przemywane wodą. Wodny roztwór po kolumnie 4 i odpadowe roztwory zawierające amoniak w ilości 10m³/godz. o stężeniu 25 g NH₃/litr i 20 g CO₂/litr podgrzewane są w wymienniku kolumny 5 do temperatury 60°C, a następnie w wymienniku 6 do temperatury 85°C i kierowane do kolumny 5 nad warstwę wypełnienia o wysokości 5 m.

Kolumna 5 o średnicy 1 metra i wysokości 8 metrów ogrzewana jest od dołu żywą parą wodną do temperatury 105°C. Roztwór odlotowy po wymienniku 6 zawiera 0,2 g NH₃/litr. Opary dochładzane są do temperatury 70°C w wymienniku wodnym kolumny 5. Ze szczytu kolumny opary kierowane są do zbiornika 7 bez wypełnienia mającego połączenie z atmosferą, przez który przepływa częściowo zregenerowany ług miedziowy, z podgrzewacza 3 i po wymienniku 1 o temperaturze 45°C. Stężenie amoniaku w ługu miedziowym dopływającym do zbiornika 7 wynosi 130 g/litr, a w ługu odpływającym wynosi 140 g/litr. Wysokość warstwy ługu w zbiorniku 7 wynosi 600 mm.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób regeneracji ługu miedziowego służącego do oczyszczania gazu syntezowego do produkcji amoniaku przez ogrzewanie ługu, desorpcję składników gazowych takich, jak tlenek i dwutlenek węgla, amoniak, wodór, azot i przemycie ich wodą oraz schłodzenie ługu i uzupełnienie amoniakiem, **znamienny tym**, że zregenerowany ług miedziowy o temperaturze 35–55°C styka się w zbiorniku bez wypełnienia z oparami o temperaturze 60–75°C, otrzymanymi przez destylację roztworu z przemywania gazów desorbujących się w czasie regeneracji ługu miedziowego oraz innych odpadowych roztworów, zawierających amoniak.



DN-3, zam. 3731/76

Cena 10 zł

