

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningskrift nr. 119021

Int. Cl. C 01 b 7/02 Kl. 12i-7/02

Patentsøknad nr. 167.721 Inngitt 13.IV 1967

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 1.VII 1968

Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt 16.III 1970

Prioritet begjært fra: 28.IV-66 Nederland,
nr. 6605679

N.V. Koninklijke Nederlandsche Zoutindustrie,
No. 27, Boortorenweg, Hengelo, Nederland.

Oppfinner: Dick Meyer Timmerman Thijssen,
Morshoekweg 11, Hengelo, Nederland.

Fullmektig: Mag. scient. Per Aubert.

Fremgangsmåte til kondensering av
klorgass inneholdende vanndamp.

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte til
kondensering av klorgass inneholdende vanndamp.

Ved kondensering av klorgass, i den form den oppnåes ved
teknisk fremstilling av klor f.eks. ved en kloralkalielektrolyse, blir
gassen vanligvis først tørket for således å gjøre korrosjonen av led-
ningen og apparatet i den videre behandling så liten som mulig. Svo-
velsyre blir for det meste benyttet ved tørkingen og klorgassen som
skal kondenseres kan bringes i kontakt med syren i motstrøm i ett
eller flere trinn (se f.eks. Ind. Eng. Chem. 45 (1953) 1832-1833).
Ved hjelp av denne behandling kan vanninnholdet i den gass som skal
kondenseres lett reduseres til ca. 100 mol vann per 1 million mol
klorgass.

Spesielt når det benyttes høye trykk og/eller lave temperaturer i ett eller flere av kondenseringstrinnene for å kondensere en så stor del av klogassen som mulig, trenges det som regel en mer effektiv tørking for å unngå korrosjon og dannelse av fast klorhydrat, som kan forårsake tilstopping av apparaturen. En tørkeoperasjon som utføres temmelig grundig og hvorved vanninnholdet i gassen kan senkes til 10 mol vann per 1 million klogass, kan imidlertid bare oppnås på bekostning av et temmelig høyt forbruk av svovelsyre eller ved anvendelse av en tørkeinnretning som består av flere trinn og således er ganske kostbar (se f.eks. norsk patent nr. 107 557).

Foreliggende oppfinnelse er basert på at vanskelighetene som forårsakes av den tilstedeværende vanddamp i klogassen, kan unngås med større sikkerhet og til lavere omkostninger, når gassen etter delvis kondensering av klor, utsettes for et andre mellomliggende tørketrinn, i forhold til når den totale gass-strøm tørkes mer effektivt i en tørkeoperasjon for kondenseringen.

Ved utførelse av en andre tørkeoperasjon etter delvis kondensering av klogassen, blir tørkingen som et hele meget effektivt spesielt fordi vanninnholdet i en klordampfase, som er i likevekt med flytende klor, over et stort temperaturområde syntes å være fire ganger så stort som vanninnholdet i væskefasen. Følgelig blir vannet ved den partielle kondensering konsentrert i den ikke-kondenserte del av gassen, hvilket letter fjerningen av vannet til det ønskede lave innhold.

Ifølge foreliggende oppfinnelse er det således tilveiebragt en fremgangsmåte til kondensering av klogass inneholdende vanddamp, hvor en strøm av våt klogass utsettes for en for-tørking hvorved gass-strømmen bringes i kontakt med et tørkemiddel for å fjerne fuktighet fra strømmen, hvoretter den for-tørkede gass-strøm behandles i minst to suksessive kondenseringstrinn, idet en del av klorete i gass-strømmen tilført disse trinn kondenseres i hvert av trinnene og idet den kondenserte del klor og den ukondenserte gass fjernes separat fra hvert av trinnene, kjennetegnet ved at den ukondenserte gass som fjernes fra et kondenseringstrinn som er et annet enn det siste av de nevnte suksessive kondenseringstrinn, bringes i kontakt med et tørkemiddel og separeres fra dette før gassen føres til det neste kondenseringstrinn.

På denne måten blir ikke bare vann som er tilbake i gassen som utføres fra tørkeoperasjonen for kondenseringen, fjernet fra gass-strømmen, men vann hindres også i å oppsamle seg i apparaturen når

gass-strømmen i et mellomliggende trinn, f.eks. mellom to komprimeringstrinn eller mellom komprimeringsseksjonen og kondenseringsseksjonen, bringes i kontakt med flytende klor, som alltid fremdeles inneholder en viss mengde vann, for således å avkjøle gassen eller for å oppnå andre virkninger som de som f.eks. er beskrevet i britisk patent nr. 972 110.

Det skal nevnes at ifølge US patent nr. 2 333 748 kan klograss, som er tørket ved hjelp av svovelsyre, frigjøres for spor av innesluttet syre ved å føre gassen gjennom et kokslag for gassen komprimeres og kondenseres.

Gassen kan gis en svak kompresjon og avkjøles for den føres gjennom kokslaget. US patentet beskriver ikke bruken av et tørkettrinn plasert mellom to kondenseringstrinn. Videre, ifølge US patent nr. 1 507 289, tørkes klograss ved hjelp av svovelsyre, og blir således komprimert i nærvær av svovelsyre og deretter kondensert i to trinn, idet svovelsyre som har blitt innesluttet i gass-strømmen separeres fra det partielt kondenserte klor, hvoretter den separerte syre returneres til kompressoren. Fremgangsmåten i dette US patent verken søker å oppnå eller oppnår en reduksjon av vandampinnholdet i den gass som er tilbake etter partiell kondensering av klorete i et første kondenseringstrinn.

Den andre tørkeoperasjon som anvendes i foreliggende fremgangsmåte kan foretas på en hvilken som helst i og for seg kjent måte for tørking av klor, f.eks. ved hjelp av svovelsyre eller andre tørkemidler, slik som aluminiumoksyd og silisiumdioksydgel. Gode resultater har blitt oppnådd ved bruk av molekyllarsikter, slik som zeolitter, som også er kjent som klor-tørkemidler (kfr. C.K. Hersh, Molecular Sieves, 1961, side 73). Det er funnet at når det anvendes en slik molekyllarsikt, kan det oppnåes en belastningsgrad på mer enn 10 vektprosent vann med utmerket selektivitet. Et tørketårn fylt med en slik zeolitt kan på enkel måte plasseres mellom to kondenseringsinnretninger og klograssen som utføres fra den første av disse innretningene kan føres gjennom denne zeolitten.

Eksempel

Klograss som var for-tørket med svovelsyre til et maksimalt vanninnhold på 50 mol vann per 1 million mol klograss og som var blitt komprimert til et absolutt trykk på 9 atmosfærer, ble partielt kondensert ved 25°C i en første kondensator. Vanninnholdet i gassen som kom ut fra kondensatoren syntes å ha steget til ca. 150 mol vann per 1 million mol klograss. For den ble ført til neste kondensator

for videre kondensering ved samme trykk og ved -30°C , ble gassen ført gjennom en trykkbeholder med et volum på 500 liter og som var fylt med 200 kg av en syrebestandig zeolitt med betegnelsen "A.W. 300" og med en porediameter på omtrent 3 Ångström. Derved ble vanninnholdet i gassen redusert til omtrent 20 mol vann per 1 million mol klorgass. Bare etter at zeolitten hadde absorbert mer enn 25 kg vann, ble det observert en stigning i vanninnholdet i gassen som ble utført fra trykkbeholderen. Etter dette ble zeolitten regenerert ved hjelp av varm-luft med en temperatur på 300°C - 400°C .

P a t e n t k r a v

Frengangsmåte til kondensering av klorgass inneholdende vanddamp, hvor en strøm av våt klorgass utsettes for en for-törking hvorved gass-strømmen bringes i kontakt med et törkemiddel for å fjerne fuktighet fra strømmen, hvoretter den for-törkede gass-ström behandles i minst to suksessive kondenseringstrinn, idet en del av kloreit i gass-strømmen tilfört disse trinn kondenseres i hvert av trinnene og idet den kondenserte del klor og den ukondenserte gass fjernes separat fra hvert av trinnene, k a r a k t e r i s e r t v e d at den ukondenserte gass som fjernes fra et kondenserings-trinn som er et annet enn det siste av de nevnte suksessive kondenseringstrinn, bringes i kontakt med et törkemiddel og separeres fra dette för gassen föres til det neste kondenseringstrinn.

Anførte publikasjoner:

Fransk patent nr. 1.397.021
U.S. patent nr. 1.507.289 og 2.333.748
C.K. Hersch "Molecular Sieves" side 73 (1961)