

Warszawa, 5 listopada 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



CO 16 17/40

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 22077.

Kl. ~~12 i, 26.~~

12 i, 17/40

Nikodem Caro
(Berlin, Niemcy)
i Albert R. Frank
(Berlin, Niemcy).

Sposób otrzymywania wysokoprocentowego kwasu azotowego.

Zgłoszono 30 grudnia 1932 r.

Udzielono 5 września 1935 r.

Pierwszeństwo: 30 grudnia 1931 r. dla zastrz. 1 i 4—17 (Niemcy).

Z mieszanin produktów spalania amonjaku nie można było otrzymywać dotychczas w jednym procesie roboczym, dowolnie wysokoprocentowego kwasu azotowego. Wynalazek niniejszy umożliwia wykonywanie tego zadania. Według wynalazku ciecze, składające się z wodnego roztworu kwasu azotowego i ciekłych tlenków azotu w ilościach, nadających się do otrzymywania wysokoprocentowego kwasu azotowego, otrzymywanych z mieszanin produktów spalania amonjaku pod dowolnymi ciśnieniami i w dowolnych stężeniach, przepompowuje się pod znacznie zwiększonym ciśnieniem do komory reakcyjnej, do

której doprowadza się tlen i z której otrzymuje się wysokoprocentowy kwas. W ten sposób skraplanie mieszaniny produktów spalania amonjaku łączy się w jeden proces roboczy ze znanym otrzymywaniem wysokoprocentowego kwasu azotowego z ciekłego czterotlenku azotu, wodnego roztworu kwasu azotowego i tlenu pod zwiększonym ciśnieniem i w wyższych temperaturach. Wskutek tego z mieszanin produktów spalania amonjaku można otrzymywać dowolnie wysokoprocentowy kwas azotowy, np. 98 — 100%-owy, przy użyciu tej samej robocizny i kontroli, jak i przy otrzymywaniu rozcieńczonego kwasu azo-

towego. Sposób ten nadaje się oczywiście również do otrzymywania wysokoprocenowego kwasu azotowego o innych stężeniach, np. o stężeniu kwasu azotowego, dochodzącym do np. 80% — 90%.

Otrzymywanie rozcieńczonego kwasu azotowego i ciekłego czterotlenku azotu jest szczególnie proste w przypadku spalania amonjaku w obecności tlenu lub powietrza, bogatego w tlen, pod ciśnieniem atmosferycznym lub wyższym. Skoro stosuje się powietrze atmosferyczne lub powietrze, wzbogacone tlenem w nieznacznym stopniu, wówczas jest rzeczą korzystniejszą otrzymywanie rozcieńczonego kwasu azotowego i ciekłego czterotlenku azotu pod ciśnieniem zwiększonym. To ciśnienie zwiększone można wytwarzać przed spalaniem amonjaku, jeżeli mieszanina produktów spalania amonjaku nie jest przedtem sprężona zapomocą sprężarki turbinowej. Produkty, skroplone pod ciśnieniem, przepływają przez naczynie, w którym ciśnienie oraz przeprowadzane przez to naczynie ilości skroplin są wyrównywane zapomocą mieszalników, albo przez naczynia podobne, nie ulegając przedtem rozprężeniu, i dopływają do pomp, wytwarzających dalszy znaczny wzrost ciśnienia.

Przy wykonywaniu tego nowego sposobu szczególne znaczenie posiadają okoliczności następujące. Pompy lub co najmniej jedną pompę, pompującą otrzymywane ciecze pod znacznie zwiększonym ciśnieniem, smaruje się koloidami nieorganicznymi, np. wodorotlenkiem glinu, kwasem krzemowym lub podobnymi. Koloidy te można stosować zarówno w postaci zolu, jak i żelu, a tego rodzaju smar może zawierać dowolne ilości wody, kwasu azotowego lub czterotlenku azotu. Należy zaznaczyć, że smarowanie jest skuteczniejsze w przypadku stosowania koloidu nieorganicznego. Skoro do kanałów i pierścieni smarowniczych pompy tłokowej wpro-

wadzi się np. strącony żel kwasu krzemowego o właściwościach, zbliżonych do smaru tłuszczowego, wówczas w zetknięciu z ciekłym czterotlenkiem azotu powstaje zawiesina o trwałych właściwościach smarowych. Przez zastosowanie koloidów nieorganicznych uzyskano dobre wyniki smarowania.

Ciecze, dopływające do pomp, powinny posiadać temperaturę poniżej 0°C, np. —5 lub —10°C, pomimo tego, że pobieranie azotu zostaje przyspieszone przez wzrost temperatury. Wykryto mianowicie, że w tych niskich temperaturach proces pompowania przebiega szczególnie pewnie i dobrze. Wskazane jest również chłodzenie samej pompy i tłoka. Płyn ogrzewa się najkorzystniej dopiero po zwiększeniu ciśnienia.

Otrzymywane ciecze zapomocą różnych pomp pompuje się oddzielnie do komory reakcyjnej, korzystniej jest jednak stosować tylko jedną pompę, do której dopływa cała ilość cieczy. Ciecze działają na siebie już przed zwiększeniem ciśnienia. Równomierność pracy zwiększa się szczególnie przez zmieszanie cieczy i doprowadzenie jej do stanu emulsji, np. zapomocą mieszadła. W tym przypadku z jednej tylko próby można określić skład całego materiału ciekłego, co w innym przypadku jest utrudnione. Emulsję można wytwarzać zarówno przed zwiększeniem ciśnienia, jak i po nim, względnie w samej komorze reakcyjnej. Do wytwarzania emulsji można również stosować tlen, który doprowadza się do cieczy, znajdującej się w komorze reakcyjnej, w dowolny sposób, np. zapomocą rury, zanurzonej w cieczy i sięgającej dna autoklawu. Czas absorpcji można znacznie skrócić, stosując dobre urządzenie rozdzielcze, np. wprowadzając tlen do cieczy przez sitko. Lepiej od tego rodzaju sitek działają w tym przypadku filtry ceramiczne. Jeżeli tlen wtłacza się do cieczy przez filtr ceramiczny, to okres

absorbpcji maleje do ułamka okresu absorbowania bez stosowania urządzenia rozdzielczego.

Mieszanina czterotlenku azotu i rozcieńczonego kwasu azotowego zużywa tlen pod zwykłym lub niewielkim ciśnieniem w ilości mniejszej, niż pod wysokim ciśnieniem. Część pracy sprężania można zaoszczędzić, jeżeli ciecz nasycy się tlenem już przed zwiększeniem ciśnienia. W tej postaci wykonania przy wstępnym nasycaniu tlenem i nasycaniu końcowym pod zwiększonym ciśnieniem można z korzyścią zastosować ogrzewanie, a więc ciecz pompuje się w tym przypadku bez uprzedniego chłodzenia. Ciepłą ciecz doprowadza się pod niewielkim ciśnieniem do pompy wysokiego ciśnienia, przyczem ciśnienie to odpowiada ciśnieniu, przy którym ciecz się otrzymuje i nasycy początkowo. Jeżeli otrzymywanie kwasu odbywa się bez zastosowania ciśnienia, wówczas przed pompą wysokiego ciśnienia włącza się pompę niskiego ciśnienia. W innych przypadkach ciśnienie można zwiększać w dwóch lub kilku stopniach lub też komorę reakcyjną dzieli się na kilka komór, odpowiednio do stopni temperatury lub ciśnienia. W tego rodzaju postaci wykonania tlen prowadzi się z komory jednego stopnia ciśnienia do komory drugiego stopnia w przeciwnym kierunku do cieczy.

Tlen lub gaz, zawierający tlen, można wytwarzać pod ciśnieniem, np. zapomocą elektrolizy ciśnieniowej, poczem stosuje się go pod tem samym ciśnieniem lub doprowadza do sprężarki albo też doprowadza bezpośrednio do komory reakcyjnej, przez którą przepływa ciecz reakcyjna. W ten sposób zaoszczędza się całkowicie lub częściowo koszty, związane ze sprężeniem tlenu.

Stosowany tlen nie powinien zawierać zanieczyszczeń. Jednakże naogół należy się liczyć z ich obecnością, proces więc można również przeprowadzać, stosując

mniej czysty tlen lub powietrze. Nieabsorbujące się składniki gazowe usuwa się z autoklawu i dodaje się ich bądź do gazu końcowego lub też wprowadza do procesu skraplania, w zależności od ilości tlenu, zawartego w nich, i ilości tlenków azotu. W przypadku stosowania czystego tlenu proces prowadzi się w ten sposób, że nie otrzymuje się gazów odlotowych, natomiast tlen, który nie uległ absorpcji, nawraca się do procesu. Bardzo stężony gaz, otrzymany w autoklawie, usuwa się z komory reakcyjnej wraz z resztą tlenków azotu. Rozpuszczone tlenki azotu odpędza się następnie w postaci gazu, np. przez ogrzanie, i doprowadza je napowrót do procesu skraplania. Usuwanie rozpuszczonych tlenków azotu z wysokoprocentowego kwasu jest łatwiejsze, skoro zmniejszy się uprzednio ciśnienie, pod jakim się gaz znajduje, np. obniży się je aż do ciśnienia roboczego skraplaczy czterotlenku azotu. Ten proces bielenia przebiega szczególnie łatwo pod ciśnieniem atmosferycznym. Jeżeli pożądane stężenie kwasu nie ma być szczególnie wysokie, wówczas reakcję można poprowadzić w ten sposób, aby kwas wysokoprocentowy, opuszczający autoklaw, nie zawierał zupełnie N_2O_4 lub zawierał N_2O_4 w ilości dopuszczalnej. W ten sposób można postępować przy otrzymywaniu kwasu o stężeniu, dochodzącym do 80 — 90%.

Reakcja w autoklawie może być prowadzona rozmaicie. Uskutecznia się to np. w ten sposób, że tlen przeprowadza się w przeciwnym kierunku, zapewniając gazowi i cieczy możliwie wielką powierzchnię zetknięcia, którą wytwarza się w dowolny sposób znany, bądź przez dokładny rozdział tlenu w cieczy, bądź przez dokładne rozproszanie cieczy w tlenie, bądź wreszcie przez połączenie obydwu tych sposobów. Naprzykład, tlen rozproszony przeprowadza się przez rurę ciśnieniową, napełnioną cieczą, lub też ciecz przelewa się przez licz-

ne i umieszczone jedno za drugim sita z przelewami, podczas gdy tlen rozproszony wchodzi do warstwy cieczy u dołu rury ciśnieniowej, a następnie przenika pęcherzykami przez warstwy cieczy, znajdujące się na sitach. Przekrój przepływowy sit, przez które przechodzi tlen, zmienia się przytem, w zależności od danych warunków absorpcji tlenu. Zamiast przeciwprądu można w tym przypadku stosować również przepływ współprądowy lub poprzeczno-prądowy. W przypadku współprądu tlen wprowadza się bezpośrednio po zwiększeniu ciśnienia, t. j. bezpośrednio za sprężarką. Należy również wymienić takie postaci wykonania, w których stosuje się częściowo przeciwprąd, a częściowo współprąd. Naprzykład, stosuje się walcową komorę reakcyjną z wbudowaną współśrodkowo rurą, przyczem ciecz wznosi się w tej rurze i opada w zewnętrznej komorze pierścieniowej, podczas gdy tlen wznosi się w obu komorach w stanie dobrego rozdrobnienia.

Sposób można wykonywać pod dowolnymi ciśnieniami i w dowolnych temperaturach, lecz najlepiej przy zwiększeniu ciśnienia powyżej 20 atm. Im większe stężenie ma posiadać otrzymywany kwas azotowy, tem wyższe ciśnienie robocze powinno być zastosowane. Przy otrzymywaniu kwasu 97 do 100%-owego stosuje się z korzyścią ciśnienie 40 do 60 atm, lecz można również stosować ciśnienia niższe lub dowolnie wyższe, np. 200 atm lub jeszcze wyższe. Stosowanie wyższych temperatur, jak i wyższych ciśnień jest znane i szczególnie korzystne w danym sposobie. Ciepło reakcji utleniania można wyzyskać najlepiej do podwyższenia temperatury komory reakcyjnej. Dodatkowe ogrzewanie komory reakcyjnej wodą gorącą, prądem elektrycznym lub parą nie jest naogół konieczne, lecz może być zastosowane. Surowce można również ogrzewać. Do utrzymania pożądanej temperatury i pożą-

danego przebiegu zmian temperatury można stosować zimne surowce lub gorące półprodukty i produkty gotowe, zapewniając w ten sposób wymianę ciepła. Ta wymiana ciepła może się odbywać, jak przy zwykłym ogrzewaniu i chłodzeniu, zewnątrz lub wewnątrz komory reakcyjnej lub zapomocą powierzchni, umieszczonych wewnątrz komory reakcyjnej. Komorę ciśnieniową, służącą do otrzymywania stężonego kwasu, ogrzewa się do określonej temperatury, np. do 15°C. Naogół jest rzeczą korzystną, gdy w komorze ciśnieniowej panują temperatury odmienne od temperatur ładunku, tak iż w każdym miejscu ustala się temperatura, odpowiadająca danej fazie procesu. Przy doborze temperatur należy zwrócić uwagę na to, że szybkość reakcji wzrasta wraz ze wzrostem temperatury, natomiast równowaga chemiczna jest korzystniejsza w niższych temperaturach. Przy przerabianiu gazów odlotowych należy również zwrócić uwagę na ich skład. Dla przykładu można przytoczyć proces roboczy, w którym w komorze reakcyjnej przy wprowadzaniu zimnych lub ciepłych surowców utrzymuje się temperaturę najwyższą, np. 80 lub 100°C, która przy wpływie kwasu spada do 70 lub 50°. W każdym razie proces przebiega korzystniej, jeżeli przynajmniej w jednym miejscu komory reakcyjnej temperatura przekracza 70°C.

Do wyrobu części składowych aparatury do wprowadzania tlenu pod ciśnieniem, stykających się z produktami reakcji, można stosować każde tworzywo dostatecznie trwałe, np. czysty glin, stopy glinu, stal kwasoodporną, żelazokrzem, materiał ceramiczny, emalję, metale o właściwościach platyny, jak również tantal i niob, oddzielnie lub w stopie.

Aparatura ta, nawet przy wyrobie kwasu o stężeniu najwyższym, nie zajmuje zbyt wiele miejsca, przyczem odpowiednio do zwiększenia zawartości wody w kwasie

wytwarzanym może posiadać mniejsze rozmiary. Przemiana nie wymaga również specjalnych pomieszczeń, gdyż odbywa się w urządzeniach lub przewodach rurowych, służących do doprowadzania tlenu.

Na rysunku przedstawiono na fig. 1 i 2 schematycznie dwa przykłady urządzenia do przeprowadzenia sposobu według wynalazku.

Przykład I. Amonjak utlenia się pod zwykłym ciśnieniem tlenem 90 do 100%-owym, przyczem zużywa się 1,5 do 2,5 objętości O_2 na 1 objętość NH_3 . Mieszanina tlenków azotu przepływa przez kocioł parowy 1, przyczem zasilą ją parą, jednocześnie wytwarzaną. Do wykonywania tego procesu można stosować np. sposób według patentu amerykańskiego Nr 1850129. Z kotła 1 mieszanina przepływa do skraplacza 2, chłodzonego wodą, który, podobnie jak kocioł 1 i jak połączenia między niemi, posiada jak najmniejszą przestrzeń gazową. Nadmiar pary wodnej, zawarty w mieszaninie gazowej, skrapla się w skraplaczu 2 i odpływa przez spust 2a. Mieszanina gazowa przepływa następnie przewodem 3 do obszernej chłodnicy 4, składającej się z rur o średnicy 200 do 300 mm, w której gazy, chłodzone wodą, utleniają się do NO_2 względnie N_2O_4 . Jednocześnie w chłodnicy 4 skrapla się woda, służąca do otrzymywania wysokoprocentowego kwasu azotowego. Skropliny te składają się z wody, kwasu i tlenków azotu. Gaz utleniony i ochłodzony opuszcza chłodnicę 4 przez przewód 5 i dopływa do skraplacza 6, chłodzonego zapomocą solanki, w którym skrapla się ciekły czterotlenek azotu. Niewielkie ilości nieskraplających się gazów opuszczają skraplacz 6 i przepływają przez przewód 7 do przewodu 8, chłodzonego solanką. Porwane tlenki azotu rozpuszczają się w stężonym kwasie azotowym, który dopływa do przewodu 8 po energicznym ochłodzeniu przewodem ze zbiornika, (niepokazanym na

rysunku), który zasilany jest zkolei ze zbiornika 27. Solanka najpierw chłodzi ten kwas, następnie przewód 8, a potem skraplacz 6, do którego dopływa, posiadając temperaturę około $-11^{\circ}C$. Niezbędne zimno zostaje częściowo dostarczone przez odparowanie przerabianego amonjaku, przyczem parownik jest włączony w obieg kołowy solanki. Końcowe gazy uchodzą z przewodu 8 przez wylot 9, przyczem straty gazów końcowych wynoszą mniej niż 0,5% użytego N . Skropliny, wypływające przewodami 10 i 11, posiadając temperaturę poniżej $0^{\circ}C$, np. -5 lub $-10^{\circ}C$, przepływają w postaci emulsji przez mieszalnik 13 i dopływają do pompy 14 (np. pompy tłokowej). Połączenie skroplin z przewodów 10 i 11 może się odbywać również i w ten sposób, że skropliny z przewodu 10 doprowadza się do przewodu 11. Roztwór czterotlenku azotu i stężonego kwasu azotowego, wypływający przez przewód 12, doprowadza się bądź do mieszalnika 13, bądź też poddaje się procesowi bielenia (co przedstawione na rysunku linią przerywaną). Przewody 10, 11 i 12 mogą prowadzić do mieszalnika 13 oddzielnie. Mieszalnik 13 posiada przewód, odprowadzający ewentualnie wywiązujące się gazy do chłodnicy 4 od dołu (czego nie przedstawiono na rysunku). Przed pompą 14 można umieścić solankową chłodnicę i filtr. Można również chłodzić kadłub i tłok pompy. Pompę 14 smaruje się smarem, zawierającym koloidalny kwas krzemowy, np. żelem, wytrąconym z roztworu szkła wodnego zapomocą kwasu azotowego. Ciecz do pompy 14 doprowadza się z wysokości kilku metrów lub też stosuje się pompę niskiego ciśnienia dowolnej budowy, np. pompę z kołami zębatymi. Pompa 14 zwiększa ciśnienie, oddziaływające na ciecz otrzymaną, do znacznej wysokości, np. do 40 lub 60 atm. W przewód 15 można wbudować podgrzewacz. Ciecz otrzymywana przepływa prze-

wodem 15 do autoklawu 16. Tlen do urządzenia rozdzielczego, znajdującego się nadnie autoklawu 16, przetłacza sprężarka 17 przewodem 18, zaopatrzonym w naczynie pośrednie i w zawór zwrotny oraz ewentualnie podgrzewacz. Tlen, doskonale rozdrobniony wznosi się w przeciwnym kierunku do cieczy i zostaje zaabsorbowany, powodując podwyższenie się temperatury. Temperatura przekracza 70° i osiąga np. 80 do 90°C. Autoklaw 16 jest zaopatrzony we wkładaną komorę reakcyjną, w której wewnątrz zachodzi reakcja, przyczem wewnątrz komory i w przestrzeni pomiędzy wkładką i płaszczem autoklawu, wypełnionej tlenem, następuje wyrównanie ciśnień. Komorę reakcyjną wypełnia się bądź cieczą, przez którą wznosi się tlen rozproszony, ewentualnie tlen przeprowadza się zapomocą ciał wypełniających lub wbudowanych w komorę, bądź też ciecz spływa po owych ciałach wypełniających lub wbudowanych. Nieabsorbujące się składniki gazowe uchodzą z autoklawu 16 u góry i zostają doprowadzone napowrót przez przewód 19 do przewodu 7 lub zostają wprowadzone do rury 9, odprowadzającej gazy końcowe. Kwas wysokoprocentowy opuszcza autoklaw 16 przez przewód 20. Otrzymuje się 98%-owy kwas, zawierający resztkę rozpuszczonych tlenków azotu, np. 10 lub 20% N_2O_4 . Można również otrzymywać kwas 99 do 100%-owy, zwiększając ilość czterotlenku azotu. Przy wylocie autoklawu 16 ciecz ulega rozprężeniu i przepływa do kolumny bielącej 21, ogrzewanej u dołu, a chłodzonej u góry (zapomocą dolnego płaszcza parowego 22 i górnego płaszcza chłodzącego 23). Poniżej chłodzącego płaszcza ciecz przepływa do kolumny, wypełnionej ciałami wypełniającymi, i wypływa wolna od czterotlenku, podczas gdy tlenki azotu w górnej części, odparowane przez chłodzenie wodą, zostają uwolnione od kwasu azotowego, a następnie przepływa-

ją napowrót przez przewód 24 do skraplacza 6. Jak wynika z powyższego, nadmiar czterotlenku stale nawraca się do ponownej przeróbki. Gotowy kwas przepływa przez chłodnicę wodną 25 i przewód 26 do zbiornika 27. Azot w postaci gotowego kwasu 98%-owego stanowi 95% lub nawet większy odsetek ilości azotu, doprowadzonej w postaci amonjaku. Poza tem ilość azotu w postaci produktu gotowego wynosi 99 — 100% ilości azotu, doprowadzanego do pompy w postaci rozcieńczonego kwasu azotowego i ciekłego czterotlenku azotu.

Przykład II. Amonjak utlenia się podgrzaniem powietrzem atmosferycznym w obecności platynowo-rodowej masy kontaktowej, dzięki czemu uzyskuje się 98% tlenków azotu. Mieszanina gazów przepływa przez podgrzewacz powietrzny, kocioł parowy i wymiennik ciepła do skraplacza 28, w którym skrapla się nadmiar pary wodnej. Skroplona woda wypływa przez odpływ 29. Chłodnica 30 skrapla parę wodną, służącą następnie do utworzenia wysokoprocentowego kwasu azotowego. W tej fazie roboczej aparatura pracuje pod zwykłym ciśnieniem i posiada jak najmniejszą przestrzeń gazową. Gaz przewodem 31 przepływa do sprężarki turbinowej 32, która mieszaninę przetłacza pod ciśnieniem, np. 5 do 10 atm, przez komorę utleniającą 33, chłodzoną wodą, i wymiennik zimna 34 do przewodu 35 i w końcu do skraplacza 36, w którym następuje skroplenie czterotlenku azotu, a gazy ochładzają się do około —10°. Gazy o tej temperaturze doprowadza się przez przewód 37 napowrót do wymiennika zimna 34, który opuszczają one przez przewód 38 i dopływają od dołu do kolumny absorpcyjnej 39, zaopatrzonej w większą liczbę pólek sitowych (na rysunku zaznaczono tylko sześć) i w powierzchnię chłodzącą. Z tej kolumny gazy końcowe dopływają przez przewód 40 do wymiennika

ciepła 41, a przewodem 42 — do turbiny 43, w której ulegają rozprężeniu, oddając swą energję. Para, wytwarzana przy spalaniu amonjaku, może być rozprężana w samym kotle z wyzyskaniem jej energji. Gazy końcowe uchodzą przez rurę 44. Skropliny z chłodnicy 30 przepływają przewodem 45 do kolumny 39. Ciecz przepływa przez półki sitowe, zaopatrzone w przepływy, skierowane wzdłuż kolumny 39, ulegając jednocześnie chłodzeniu i przemnywając przytem płynące gazy. Ciecz, uchodząca z kolumny 39, wraz z ciekłym czterotlenkiem, wypływającym przez przewód 46, przeprowadza się bądź przez przewód 47 do mieszalnika 48, bądź przez przewód 49 (linja przerywana) — do skraplacza 36. Ciecz, uchodząca z mieszalnika 48, zawiera ostatecznie czterotlenek azotu, wodę i kwas azotowy w stosunku ilościowym, odpowiadającym warunkom otrzymywania 99 — 100% -owego kwasu. Ciecz płynie do pompy 50, znajdującej się parę metrów niżej, która zwiększa ciśnienie wielokrotnie do np. 20 lub 50 atmosfer. Ciecz o tak wysokim ciśnieniu dostaje się do retorty ciśnieniowej 52, do której wprowadza się jednocześnie tlen przewodem 53 przez rozdzielacz 54. Nieabsorbujące się składniki gazowe odprowadza się przez przewód 55 do przewodu 38.

Kwas przepływa przez przewód 56 do kolumny bielącej 57, w której panuje ciśnienie atmosferyczne. Odpędzone tlenki azotu doprowadza się bądź przez przewód 58 do przewodu 31, bądź po skropleniu przez ochłodzenie przepompowuje do mieszalnika 48. Gotowy kwas, wolny od czterotlenku, przepływa przez chłodnicę 59 do zbiornika 60. Wydajność stężonego kwasu gotowego wynosi 95% lub nawet więcej.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania wysokopro-

centowego kwasu azotowego z mieszanin produktów spalania amonjaku, znamieny tem, że ciecz, składająca się z rozcieńczonego kwasu azotowego i ciekłych tlenków azotu w stosunku ilościowym, odpowiadającym wysokoprocentowemu kwasowi azotowemu, otrzymywane przy dowolnych ciśnieniach i stężeniach oraz znacznem i ewentualnie stopniowem zwiększeniu ciśnienia, przepompowuje się do komory reakcyjnej, do której doprowadza się tlen lub gazy, zawierające tlen, w celu przeprowadzenia ostatecznej reakcji utlenienia i otrzymania wysokoprocentowego kwasu azotowego, odprowadzanego z komory reakcyjnej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że pompy lub sprężarki smaruje się koloidami nieorganicznymi, np. koloidalnym kwasem krzemowym.

3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że skropliny o temperaturze poniżej 0°C, wydzielone z mieszanin produktów spalania amonjaku, doprowadza się do pompy przy znacznem zwiększeniu ciśnienia i przepompowuje do komory reakcyjnej.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamieny tem, że ciecz reakcyjną podgrzewa się po procesie pompowania.

5. Sposób według zastrz. 1 — 4, znamieny tem, że ciecz, otrzymane z mieszanin produktów spalania amonjaku, miesza się i wytwarza jedną ciecz w postaci emulsji.

6. Sposób według zastrz. 1 — 5, znamieny tem, że tlen lub gazy, zawierające tlen, wprowadza się do cieczy w stanie doskonale rozproszonym.

7. Sposób według zastrz. 1 — 6, znamieny tem, że ciecz reakcyjną, niepoddaną nadmiernemu zwiększeniu ciśnienia, nasycy się tlenem przez wprowadzenie tlenu lub gazów, zawierających tlen w stanie do-
brze rozproszonym.

8. Sposób według zastrz. 1 — 7, zna-

mienny tem, że ciecz reakcyjną pompuje się do komory reakcyjnej, składającej się z kilku części o stopniowo zmieniającej się temperaturze i ciśnieniu, do której wprowadza się tlen lub gazy, zawierające tlen, i z której usuwa się wysokoprocentowy kwas azotowy.

9. Sposób według zastrz. 1 — 8, znamieny tem, że niezaabsorbowany gaz, uchodzący z komory reakcyjnej, doprowadza się napowrót do procesu skraplania.

10. Sposób według zastrz. 1 — 9, znamieny tem, że z kwasu, wychodzącego z komory reakcyjnej, odpędza się pod ciśnieniem atmosferycznym resztki tlenków azotu w stanie gazowym i doprowadza je do procesu skraplania.

11. Sposób według zastrz. 1 — 10, znamieny tem, że w komorze reakcyjnej wytwarza się możliwie wielką powierzchnię zetknięcia gazu z cieczą.

12. Sposób według zastrz. 1—11, znamieny tem, że do wytworzenia dużej powierzchni zetknięcia w komorze reakcyjnej stosuje się półki sitowe o coraz większym przekroju wolnym.

13. Sposób według zastrz. 1—12, znamieny tem, że w komorze reakcyjnej ciecze i tlen lub gazy, zawierające tlen, pro-

wadzi się przeciwprądowo lub częściowo przeciwprądowo, a częściowo współprądowo.

14. Sposób według zastrz. 1 — 13, znamieny tem, że ciecz reakcyjną przepompowuje się pod znacznie zwiększonym ciśnieniem, np. powyżej 20 atm.

15. Sposób według zastrz. 1—14, znamieny tem, że przynajmniej w jednym miejscu komory reakcyjnej utrzymuje się temperaturę wyższą od 70°C.

16. Sposób według zastrz. 1—15, znamieny tem, że ciecze z mieszanin spalania amonjaku z powietrzem wytwarza się pod ciśnieniem 2 do 10 atm po wyzyskaniu zawartego w tych mieszaninach ciepła i po oddzieleniu z nich nadmiaru pary wodnej.

17. Sposób według zastrz. 1—16, znamieny tem, że ciecze wytwarza się pod ciśnieniem atmosferycznym przez spalanie amonjaku z wysokoprocentowym tlenem i doprowadza się je do pomp w temperaturach poniżej 0°C.

Nikodem Caro.
Albert R. Frank.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.



