

(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **268 230 A1**4(51) C 01 C 1/02
B 01 D 53/14

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) W P C 01 C / 311 471 8

(22) 28.12.87

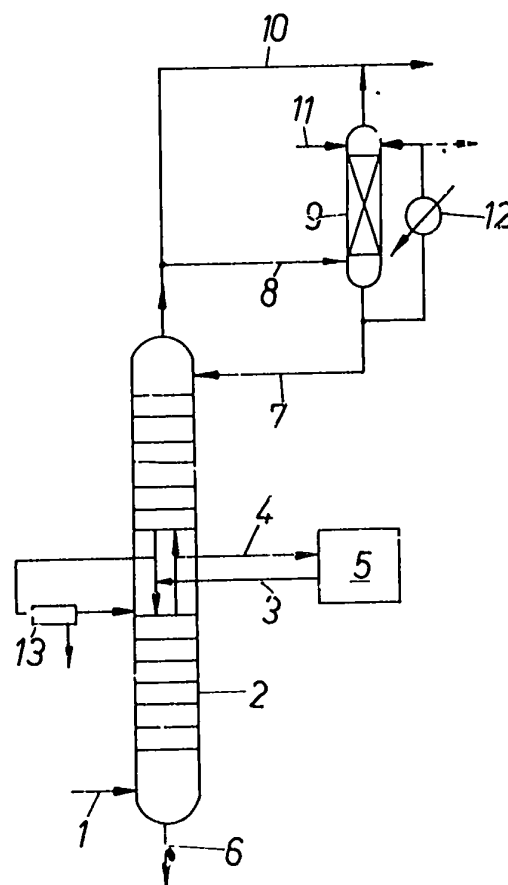
(44) 24.05.89

(71) VEB Komplette Chemieanlagen Dresden, Ernst-Thälmann-Straße 25-29, Dresden, 8012, DD
(72) Roland, Klaus, Dipl.-Ing.; Niekisch, Bernd, Dr.-Ing.; Wiesner, Norbert, Dipl.-Ing., DD

(54) Verfahren zur Reinigung von Ammoniakdampf

(55) Verfahren, reinigen, Ammoniak, organische Verunreinigungen, Abwasser, Ammoniakwäsche, Gegenstrom, Ammoniaklösung, Absorption, reines Wasser, ammoniakflüchtig

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Reinigung von Ammoniakdampf. Die Erfindung wird bei der Reinigung von Ammoniakdampf, welcher Reste an organischen Verunreinigungen enthält und der vorrangig bei der Aufbereitung von Abwässern aus der Erdöl- und Kohleveredlung anfällt, angewendet. Der zu reinigende Ammoniakdampf wird in einer ersten Ammoniakwäsche mit einer hochkonzentrierten Ammoniaklösung gekühlt und gewaschen. Danach wird er in einer zweiten Ammoniakwäsche im Gegenstrom mit einer wäßrigen niedrigkonzentrierten Ammoniaklösung gewaschen, wobei insbesondere die ammoniakflüchtigen Verunreinigungen entfernt werden. Die bei der zweiten Ammoniakwäsche entstandene hochkonzentrierte Ammoniaklösung wird der ersten Ammoniakwäsche zugeführt. Die niedrigkonzentrierte Ammoniaklösung wird durch Absorption eines Teiles des gereinigten Ammoniakdampfes von reinem Wasser erzeugt. Figur



Patentansprüche:

1. Verfahren zur Reinigung von Ammoniakdampf, welcher Reste organischer Verunreinigungen enthält und der in einer ersten Ammoniakwäsche mit hochkonzentrierter Ammoniaklösung im Gegenstrom gekühlt und gewaschen wird, dadurch gekennzeichnet, daß der gekühlte und gewaschene Ammoniakdampf in einer zweiten Ammoniakwäsche im Gegenstrom mit einer niedrigkonzentrierten Ammoniaklösung gewaschen und die dabei entstandene hochkonzentrierte Ammoniaklösung danach der ersten Ammoniakwäsche zugeführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß zur Erzeugung der niedrigkonzentrierten Ammoniaklösung ein Teil des gereinigten Ammoniakdampfes von reinem Wasser absorbiert wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß aus der entstandenen hochkonzentrierten Ammoniaklösung die ammoniakflüchtigen organischen Verunreinigungen ausgekristalliert werden und die hochkonzentrierte Ammoniaklösung der ersten Ammoniakwäsche zugeführt wird.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung wird bei der Reinigung von Ammoniakdampf, welcher Reste an organischen Verunreinigungen enthält und der vorrangig bei der Aufbereitung von Abwässern aus der Erdöl- und Kohlevererdung anfällt, angewendet.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Bei der Erdöl- und Kohlevererdung treten häufig umweltbelastende Abwässer auf, die Ammoniak, Schwefelwasserstoff, Kohlendioxid, gegebenenfalls Blausäure und organische Inhaltsstoffe enthalten. Bei der Aufarbeitung dieser Abwässer zum Zweck der Rückgewinnung der Wertstoffe Ammoniak und Schwefelwasserstoff fällt nach Abtriebsstufen und Reinigungsstufen zumeist ein Ammoniakdampf an, der noch organische Verbindungen enthält. Um aus diesem Ammoniakdampf reinen Ammoniak zu erhalten, ist eine Reinigung des Ammoniakdampfes erforderlich.

Aus der DE-OS 2527985 ist ein kontinuierliches Verfahren zur Gewinnung von reinem, konzentriertem Ammoniak bekannt, bei dem ein Verunreinigungen enthaltender Ammoniakdampf einer Gegenstromwäsche mit flüssigem Ammoniak unterzogen wird. Nachfolgend wird der gereinigte Ammoniak verflüssigt. Auf die Entfernung organischer Verbindungen aus dem Ammoniakdampf wird in der DE-OS 2527985 nicht hingewiesen.

In der DE-PS 3520934 wird ein Verfahren zum Gewinnen von Ammoniak aus einem Ammoniak, Kohlendioxid und Schwefelwasserstoff enthaltenden Abwasser beschrieben, bei dem ein ammoniakreiches Gas, das Sauer gas (Kohlendioxid, Schwefelwasserstoff) enthält, mit einem Gemisch aus verflüssigtem Ammoniak und Abwasser aus einer vorangegangenen Stufe gewaschen wird. Danach wird das ammoniakreiche Gas mit verflüssigtem Ammoniak gewaschen. Falls das aufzubereitende Abwasser organische Bestandteile enthält, so reichern sich diese bei der Wäsche mit dem verflüssigten Ammoniak an und können dort als Flüssigkeits-Teilstrom abgezogen werden. Bei diesem Verfahren bringt das alleinige Waschen mit verflüssigtem Ammoniak einen relativ hohen Energieaufwand mit sich.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, die Menge des eingesetzten verflüssigten Ammoniaks und damit die Aufwendungen zu dessen Erzeugung bei der Reinigung des Ammoniakdampfes zu verringern.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zu entwickeln, bei dem der zu reinigende Ammoniakdampf so behandelt wird, daß die Restgehalte an organischen Verunreinigungen (kleiner als 1 Ma.-%) entfernt werden, wobei ein Teil des als Waschmittel eingesetzten verflüssigten Ammoniaks durch ein Waschmittel, dessen Herstellung einen niedrigeren Kostenaufwand verursacht, ersetzt werden kann. Die Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß der Ammoniakdampf in einer ersten Ammoniakwäsche mit einer hochkonzentrierten Ammoniaklösung gekühlt und gewaschen und danach in einer zweiten Ammoniakwäsche im Gegenstrom mit einer reinen niedrigkonzentrierten wäßrigen Ammoniaklösung gewaschen wird. Die bei der zweiten Ammoniakwäsche entstandene hochkonzentrierte Ammoniaklösung wird der ersten Ammoniakwäsche zugeführt.

Die in der ersten Ammoniakwäsche eingesetzte hochkonzentrierte Ammoniaklösung besteht aus einem Gemisch von verflüssigtem Ammoniak und der in der zweiten Ammoniakwäsche entstandenen hochkonzentrierten Ammoniaklösung. Die Konzentration der in der ersten Ammoniakwäsche eingesetzten hochkonzentrierten Ammoniaklösung liegt über 75 Ma.-%.

Demgegenüber beträgt die Konzentration der in der zweiten Ammoniakwäsche eingesetzten niedrigkonzentrierten Ammoniaklösung nur etwa 20 bis 50 Ma.-%.

Der in der ersten Ammoniakwäsche eingesetzte verflüssigte Ammoniak kann durch Verflüssigung von gekühltem und gewaschenem Ammoniakdampf (welcher nach der ersten Ammoniakwäsche vorliegt) gewonnen werden, was in einer gesonderten Ammoniakverflüssigungseinrichtung erfolgt. Sofern vorhanden, kann aber auch verflüssigter Ammoniak aus dem Betriebsnetz eingesetzt werden.

Die Temperatur des Ammoniakdampfes bei dem Eintritt in die zweite Ammoniakwäsche beträgt 240 bis 258 K bei Normaldruck. Die in der zweiten Ammoniakwäsche eingesetzte niedrigkonzentrierte Ammoniaklösung wird durch Absorption eines Teiles des gereinigten Ammoniakdampfes in reinem Wasser erzeugt. Die dabei freiwerdende Absorptionswärme wird mit Kühlwasser abgeführt. Die Konzentration der wäßrigen Ammoniaklösung hängt hierbei von der Temperatur des Kühlwassers und des Wärmeübergangs im Kühler ab. Gewünscht wird eine wäßrige Ammoniaklösung mit einer Konzentration von 20- bis 50-Ma.-%.

Bei dem erfindungsgemäßen Verfahren stellt die zweite Ammoniakwäsche eine Art Kälterückgewinnung dar, da der kalte Ammoniakdampf, welcher aus der ersten Ammoniakwäsche kommt, in der zweiten Ammoniakwäsche aufgewärmt wird und Wasserdampf aufnimmt, wobei gleichzeitig aufsteigender Ammoniakdampf von der niedrigkonzentrierten wäßrigen Ammoniaklösung absorbiert wird.

Überraschenderweise wurde festgestellt, daß die niedrigkonzentrierte wäßrige Ammoniaklösung in der zweiten Ammoniakwäsche ammoniakflüchtige organische Verunreinigungen zurückhält, wodurch der Ammoniakdampf frei von organischen Spurenverunreinigungen wird.

Eine Weiterentwicklung sieht vor, daß aus der in der zweiten Ammoniakwäsche entstandenen hochkonzentrierten Ammoniaklösung die ammoniakflüchtigen organischen Verunreinigungen abgeschieden und weggeführt werden. Danach wird die hochkonzentrierte Ammoniaklösung der ersten Ammoniakwäsche zugeführt.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung wird nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert. In der zugehörigen Zeichnung ist ein Schema des Verfahrens dargestellt.

Durch die Zuführungsleitung 1 werden der Waschkolonne 2 732,2 kg/h Ammoniakdampf, welcher eine Temperatur von 303 K aufweist, zugeführt. Dieser Ammoniakdampf, der in der Waschkolonne 2 gereinigt werden soll, enthält 706,2 kg/h Ammoniak, 2,4 kg/h organische Verbindungen und 23,6 kg/h Wasser. Die Zuführung des zu reinigenden Ammoniakdampfes erfolgt in den unteren Teil der Waschkolonne 2. Diese ist als Bodenkolonne ausgebildet.

Etwa in der Mitte der Waschkolonne 2 werden durch die Flüssigammoniakleitung 3 80 kg/h verflüssigter Ammoniak in die Waschkolonne 2 entspannt. Der verflüssigte Ammoniak fließt gemeinsam mit der aus dem oberen Teil der Waschkolonne 2 kommenden hochkonzentrierten Ammoniaklösung nach unten im Gegenstrom zu dem aufsteigenden zu reinigenden Ammoniakdampf. Die hochkonzentrierte Ammoniaklösung weist auf dem Aufgabeboden für den verflüssigten Ammoniak einer Temperatur von 248 K auf. Die ablaufende Flüssigkeit enthält 71,5 Ma.-% Ammoniak, Spuren organischer Verbindungen und 28,5 Ma.-% Wasser. Diese Gegenstrombehandlung des zu reinigenden Ammoniakdampfes mit hochkonzentrierter Ammoniaklösung in dem unteren Teil der Waschkolonne 2 stellt die erste Ammoniakwäsche dar. Im Ergebnis der ersten Ammoniakwäsche liegt ein gekühlter und gewaschener Ammoniakdampf vor. Seine Temperatur beträgt 248 K; er enthält 99,99 Ma.-% Ammoniak, Spuren organischer Verbindungen und 0,01 Ma.-% Wasser. Hiervon kann der zur Ammoniakverflüssigung benötigte Ammoniakdampf über die Verdichterleitung 4 abgezogen und der Ammoniakverflüssigungseinrichtung 5 zugeführt werden.

Am untersten Teil der Waschkolonne 2 verläßt diese ein Abwasser mit einer Temperatur von 281 K und einer Zusammensetzung von 81,4 kg/h Ammoniak, 2,4 kg/h organische Verbindungen und 114,8 kg/h Wasser durch die Abwasserleitung 6. Dieses Abwasser wird dem Rücklauf der Ammoniakabtriebskolonne einer Ammoniakwasseraufbereitungsanlage zugeführt und dort wie in der DD-PS 227948 beschrieben aufbereitet.

Der gekühlte und gewaschene Ammoniakdampf strömt in der Waschkolonne 2 weiter nach oben. Ihm fließt eine niedrigkonzentrierte wäßrige Ammoniaklösung entgegen, welche am Kopf der Waschkolonne 2 durch die Ammoniakwasserleitung 7 aufgegeben wird. Diese niedrigkonzentrierte wäßrige Ammoniaklösung enthält 48 kg/h Ammoniak und 112 kg/h Wasser. Ihre Temperatur beträgt 303 K. Diese Gegenstrombehandlung des aufsteigenden Ammoniakdampfes mit der niedrigkonzentrierten wäßrigen Ammoniaklösung in dem oberen Teil der Waschkolonne 2 stellt die zweite Ammoniakwäsche dar.

Bei dieser zweiten Ammoniakwäsche werden die organischen Verbindungen, die ammoniakflüchtig sind, durch die wäßrige Ammoniaklösung aus dem zu reinigenden Ammoniakdampf ausgewaschen. Gleichzeitig absorbiert die nach unten fließende wäßrige Ammoniaklösung einen Teil des aufsteigenden Ammoniaks, wobei sie sich aufkonzentriert, so daß in der Mitte der Waschkolonne 2 am Ort der Zugabe des verflüssigten Ammoniaks eine hochkonzentrierte Ammoniaklösung vorliegt.

Bei der zweiten Ammoniakwäsche erwärmt sich der aufsteigende Ammoniakdampf und reichert sich mit Wasser an. Gleichzeitig kühlt sich die ablaufende wäßrige Ammoniaklösung auf Grund der stattfindenden Absorptions- und Verdampfungsvorgänge ab. Am Kopf der Waschkolonne 2 ist die Ammoniakdampfleitung 8 angeordnet, die zu der Absorptionskolonne 9 führt. Durch diese Ammoniakdampfleitung 8 verläßt der gereinigte Ammoniakdampf mit einer Temperatur von 303 K die Waschkolonne 2. Er enthält 672,8 kg/h Ammoniak und 20,8 kg/h Wasser; organische Verbindungen sind in ihm nicht mehr nachweisbar. Von der Ammoniakdampfleitung 8 zweigt die Ammoniakgasleitung 10 ab, durch die der Hauptteil des dampfförmigen Ammoniaks die Reinigungsanlage verläßt. Der so erzeugte Ammoniakdampf ist synthetisch erzeugtem Ammoniakdampf gleichwertig und dementsprechend verwendbar.

Der andere Teil des dampfförmigen Ammoniaks gelangt durch die Ammoniakdampfleitung 8 in die Absorptionskolonne 9, in der der Ammoniak von reinem Wasser derart absorbiert wird, daß eine niedrigkonzentrierte wäßrige Ammoniaklösung entsteht. Hierzu wird die Absorptionskolonne 9 über die Wasserleitung 11 stündlich 110,5 kg Wasser zugeführt. Die in der

Absorptionskolonne 9 bei der Ammoniakabsorption entstehende Absorptionswärme wird in dem Wärmeübertrager 12 mit Kühlwasser abgeführt. Die entstehende niedrigkonzentrierte wässrige Ammoniaklösung wird über die Ammoniakwasserleitung 7 in den oberen Teil der Waschkolonne 2 geführt und dient dort als Waschmittel bei der zweiten Ammoniakwäsche. Je nach Art der organischen Verunreinigungen, z. B. bei ammoniakflüchtigen Komponenten, erweist es sich als zweckmäßig, die in der zweiten Ammoniakwäsche entstandene hochkonzentrierte Ammoniaklösung oder einen Teil derselben in den Abscheider 13 zu führen, in dem die ammoniakflüchtigen Verunreinigungen abgeschieden werden. Die hochkonzentrierte Ammoniaklösung wird daraufhin gemeinsam mit dem verflüssigten Ammoniak, welcher aus der Flüssigammoniakleitung 3 kommt, der ersten Ammoniakwäsche in den unteren Teil der Waschkolonne 2 zugeführt. Ohne die beschriebene zweite Ammoniakwäsche würde sich für dieses Beispiel die aufzuwendende Menge an flüssigem Ammoniak verdoppeln.

