

20 stycznia 1930 r.

URZĄD PATENTOWY



COlc 1/24

2

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIŚ PATENTOWY

Nr 11028.

Kl. ~~12 k 6.~~

12 k, 1/24

Chemiczny Instytut Badawczy
(Warszawa, Polska).

Sposób otrzymywania siarczanu amonowego z gipsu.

Zgłoszono 8 listopada 1928 r.
Udzielono 14 września 1929 r.

Otrzymywanie siarczanu amonowego z gipsu drogą podwójnej wymiany z węglanem amonowym oddawna jest przedmiotem badań na skalę techniczną, jak też i dla interesu naukowego. Proces jednak nasywa bardzo liczne trudności ze względu na to, że ma się tutaj do czynienia z reakcją pomiędzy ciałem stałym a ciałem w roztworze, które to ciało jednak bardzo łatwo przy podwyższeniu temperatury, koniecznej dla przyspieszenia reakcji, ulega rozkładowi i przechodzi do fazy gazowej. Reakcja natomiast pomiędzy zawiesiną a gazem jest już w tym przypadku bardzo trudna. Jeśliby chodziło o proces perjodyczny, to trudności wymienione dadzą się łatwo pokonać. Jednak metoda ciągła,

która w tym przypadku jest jedynie do pomyślenia, nasywa bardzo liczne trudności, które pozwalają pokonać niniejszy wynalazek.

Mianowicie chodzi o to, że reakcja pomiędzy zawiesiną gipsu a węglanem amonowym może przebiegać jedynie w roztworze. Węglan amonowy natomiast daje się utrzymać w roztworze tylko przy niskich temperaturach, przy których szybkość reakcji jest tak mała, że nie pozwoliłoby to na przeprowadzenie technicznego procesu.

Przy podwyższonej temperaturze węglan amonowy jednak ulega rozkładowi i jak powiedziano wymyka się z pod reakcji. Aby zapewnić przeprowadzenie procesu w

temperaturze podwyższonej, należy tedy zastosować podwyższone ciśnienie.

Węglan amonowy jest stosunkowo mało rozpuszczalny w wodzie, dodawanie go zatem do reakcji powinno następować, jeśli chodzi o proces ciągły, nie od razu do zawiesiny, co powodowałoby to, że zawiesina stałaby się tak gęstą, że trudno byłoby z nią cośkolwiek przedsięwziąć, lecz stopniowo w miarę ubywania węglanu amonowego podczas reakcji i powstawania siarczanu amonowego. To uzupełnianie węglanu amonowego najłatwiej dałoby się przeprowadzić przez doprowadzenie bezwodnika do zawiesiny gipsu w amonjalkalnym roztworze już w samej aparaturze. I tutaj napotyka się na jedną z większych trudności. Mianowicie doświadczenia wykazały, że o ile doprowadza się bezwodnik do roztworu amonjaku pod ciśnieniem i przy podwyższonej temperaturze, to węglan amonowy tworzy się niezmiernie trudno i bardzo powoli, tak, że równowaga pomiędzy bezwodnikiem węglowym i amonjakiem dla utworzenia stosunku tych składników pozwalającego na przeprowadzenie reakcji ustala się dopiero po paru godzinach.

Odwrotnie natomiast, węglan amonowy w roztworze wprowadzony do aparatu w wyższej temperaturze i pod takim samym ciśnieniem, ustala swój skład bardzo szybko. Proces zatem musi przebiegać tak, ażeby uzupełniać ubywającą na skutek reakcji ilość węglanu amonowego, przy możliwie niskiej temperaturze, a potem dopiero wprowadzać odpowiednio uzupełnioną masę w sferę temperatury wysokiej, gdzie ma się odbyć ostateczna wymiana oraz rozkład. Dla przykładu opiszemy przebieg procesu na aparaturze, opisanej w patencie Nr 50.

Do aparatu w kształcie poziomych rur, połączonych krótkimi rurami pionowymi lub kolankami, zaopatrzonych w mieszadła, od góry wprowadza się albo zawiesinę

gipsu w amonjalkalnym roztworze, albo zawiesinę w wodzie. W tem miejscu aparatu zawiesina styka się od razu z CO_2 i tworzy węglan amonowy, przeto masa musi być silnie chłodzona, gdyż na skutek wiązania się bezwodnika z amonjakiem temperatura może się podnieść, reakcja bowiem jest egzotermiczna. Z przeciwnej strony aparatu doprowadza się parę wodną i bezwodnik węglowy, potrzebne do utrzymania temperatury i uzyskania odpowiedniego ciśnienia do przeprowadzenia reakcji, odprowadza natomiast przereagowaną masę, która w chwili wychodzenia z aparatu składa się z zawiesiny węglanu wapnia oraz roztworu siarczanu amonowego. O ile w pierwszej części procesu potrzebna jest niska temperatura dla umożliwienia związania amonjaku, to w ostatniej wymagana jest temperatura możliwie wysoka dla całkowitego odpędzenia nadmiaru amonjaku, oraz doprowadzenia do końca podwójnej wymiany.

Oczywiście, że taki spadek temperatury i utrzymanie odpowiedniej temperatury końcowej jest możliwy tylko przy regulacji ciśnienia przy pomocy nadmiaru bezwodnika węglowego, wprowadzanego do aparatu pod ciśnieniem.

Reakcję zatem przeprowadza się tak, że na zawiesinę drobno zmielonego gipsu, w wodnym roztworze amonjaku, działa się bezwodnikiem węglowym i parą wodną w ten sposób, ażeby para wodna i bezwodnik węglowy poruszały się w przeciwnym kierunku do zawiesiny gipsu, przyczem musi być zachowany spadek temperatur od miejsca wprowadzenia zawiesiny aż do ujścia masy reagującej. Oczywiście można i w ten sposób postępować, że drobno zmielony gips jest zawieszony bądź w roztworze wodnym amonjaku, bądź też w wodzie, a amonjak doprowadza się w postaci gazu do aparatu bezpośrednio.

Ponieważ przebieg i końcowy efekt tej reakcji zależny jest od stosunków rozpu-

szczalności gipsu, węglanu wapnia i pozostałych składników masy, a rozpuszczalności te zależą od temperatury, ciśnienia i od charakteru roztworu, więc od mniejszej lub większej alkaliczności, przeto tylko w takich warunkach jak podano powyżej, można być przekonanym, że wprowadzi się bezwzględnie warunki optymalne dla reakcji zarówno pod względem wydajności jak i szybkości przebiegu procesu. Również i co do stosunku mas reagujących uzyskuje się najlepsze warunki. Mianowicie, gdy będzie się doprowadzać amonjak i gips w stosunku teoretycznie przewidzianym, to początkowo reagować będzie tylko taka ilość kwasu siarkowego z gipsu, jaka jest możliwa ze względu na stan równowagi chemicznej. Jednakże amonjak, pozostały w aparacie, na skutek niepełnej początkowej reakcji będzie się gromadził, wytwarzając pewien nadmiar, który jest potrzebny dla całkowitego wyzyskania kwasu siarkowego z gipsu. W ten sposób stosuje się podczas reakcji nadmiar zarówno amonjaku jak i bezwodnika węglowego w stosunku do wprowadzonego gipsu, przyczem nadmiar ten można dowolnie regulować.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania siarczanu a-

monowego z gipsu, znamienny tem, że na zawieszinę drobno zmielonego gipsu, w wodnym roztworze amonjaku, działa się bezwodnikiem węglowym i parą wodną w ten sposób, ażeby para wodna i bezwodnik węglowy poruszały się w przeciwnym kierunku do zawiesiny gipsu, przyczem musi być zachowany spadek temperatur od miejsca wprowadzenia zawiesiny, aż do ujścia masy reagującej.

2. Sposób przeprowadzenia metody według zastrz. 1, znamienny tem, że drobno zmielony gips jest zawieszony bądź w roztworze wodnym amonjaku, bądź też w wodzie, a amonjak doprowadza się w postaci gazu do aparatury bezpośrednio.

3. Sposób przeprowadzenia metody według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że dla utrzymania odpowiedniej temperatury końcowej stosuje się ciśnienie wyższe od atmosferycznego przy pomocy nadmiaru bezwodnika węglowego, wprowadzonego pod ciśnieniem do aparatury.

4. Sposób przeprowadzenia metody według zastrz. 1, 2 i 3, znamienny tem, że stosuje się podczas reakcji nadmiar zarówno amonjaku jak i bezwodnika węglowego w stosunku do wprowadzanego gipsu.

Chemiczny Instytut
Badawczy.