



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

225125

(11)

(B2)

(51) Int. Cl.³

C 01 D 7/18

(22) Přihlášeno 17 07 75
(21) (PV 5069-75)

(32) (31)(33) Právo přednosti od 21 08 74
(P 24 39 992.6)
Německá spolková republika

(40) Zveřejněno 24 06 83

(45) Vydáno 15 02 86

(72) Autor vynálezu

DAHLKÖTTER HORST, MEYER ALBERT, KÖLN, DUST HANSPETER dr.,
BENSBERG (NSR)

(73) Majitel patentu

CHEMISCHE FABRIK KALK GmbH, KÖLN (NSR)

(54) Způsob čištění srážecí kolony s vytvořenými usazeninami při výrobě amoniakové sody

1

Vynález se týká způsobu čištění srážecí kolony s vytvořenými usazeninami při výrobě amoniakové sody promýváním této kolony roztokem obsahující amoniak.

Jak je známo, vypadáva v průběhu výroby amoniakové sody ve srážecí koloně hydrogenuhlíčen sodný. Kolona je naplněna solankou, obsahující amoniak a zespodu je vháněn plyn, obsahující kysličník uhličitý. Reakce, která přitom nastává mezi chloridem sodným, amoniakem a kysličníkem uhličitým a vedoucí ke vzniku hydrogenuhlíčenanu sodného, je exotermní. Množství tepla, které se uvolňuje, se musí odvádět pomocí chladicího zařízení, které se nachází ve spodní části srážecí kolony. Pokud se přebytečné teplo neodvádí a teplota se dostatečně nesníží, nedosáhne se potom dostatečného výtěžku konečného produktu.

Jak je známo, dochází na chladicích plochách a ve vedení chladicího zařízení již po krátké době k vysrážení solí, které s přibývajícím množstvím brání přestupu tepla a konečně i průchodu solanky srážecí kolonou. Tyto usazeniny se musí proto po určitém časovém období odstraňovat, aby se zabezpečil nerušený průběh výrobního procesu.

Všeobecně se po provozní době asi 3 až 4 dnů dosáhne takového stupně zanesení, který znemožňuje další provoz srážecí kolony. Podle starších postupů se tyto zanesené srážecí kolony po vypuštění zpracovávané solanky propláchly horkou vodou a párou a potom se opět naplnily amoniakalizovanou solankou. Potom se může pokračovat v kontinuálním postupu.

Toto promývání a s tím spojené velkoobjemové vyprazdňování a plnění působí velmi rušivě na kontinuitu postupu výroby amoniakové sody. Také zpracování a opětné použití odpadající promývací vody, která obsahuje hydrogenuhlíčen sodný, je technicky tak nákladné, že se tato promývací voda většinou vypouští.

Vzhledem k uvedeným nedostatkům byl tento pracovní postup brzy opuštěn, jak je například zřejmé z publikace Z. Rant: Die Erzeugung von Soda, Stuttgart 1968, str. 178.

V poslední době se zanesené kolony promývají výhradně čerstvě připravenou amoniakalizovanou solankou, která se potom používá jako výchozí materiál pro výrobu amoniakové sody. Veškerý amoniakalizovaný roztok chloridu sodného se vede na čištění srážecí kolony, plnící dočasně funkci promývací kolony, a přitom se promíchává slabým proudem kysličníku uhličitého. V důsledku toho se usazeniny pomalu rozpouštějí. Při tomto postupu se potom předkarbonizovaná solanka vede z promývací kolony paralelně do srážecí kolony a tam se karbonizuje až do úplného vysrážení hydrogenuhličitanu sodného. Když však má být postup výroby amoniakové sody nepřerušovaný, je v tomto případě zapotřebí, použít soustavy více srážecích kolon, z nichž by vždy jedna pracovala jako promývací a ostatní by pracovaly jako srážecí.

Ale také potom představuje proplachování a s tím spojené přepojování kolon zásek do kontinuity procesu výroby amoniakové sody, který je možno udržet v bezchybném provozu pouze s odpovídajícím přístrojovým zařízením. Je popsáno zařízení s pěti kolonami, z nichž jedna kolona pracuje jako promývací, jedna kolona zůstává prázdná (kvůli ulehčení při přetížení) a ostatní tři pracují jako kolony srážecí. Současně je nutné dostatečně silně dimenzovat vedení a čerpadla k dodržení časového průběhu procesu.

Uvedené technické těžkosti, hlavně relativně nízká rozpouštěcí schopnost amoniakalizované solanky, používané jako rozpouštěcího média, způsobily, že se hledaly další způsoby, a jejichž pomocí by se postup proplachování urychlil.

Výše uváděné nedostatky nemá způsob čištění srážecí kolony s vytvořenými usazeninami při výrobě amoniakové sody promýváním této kolony vodným roztokem obsahujícím amoniak, jehož podstata spočívá v tom, že se proplachovanou kolonou vede absorpční médium, které se po průchodu proplachovanou kolonou vede do zařízení pro sycení solí. Ve vyplachovací koloně se srážecí roztok s výhodou bez mezivyplachování vytlačuje absorpčním médiem.

Výhodou způsobu podle vynálezu je zvýšené využití srážecích kolon při výrobě amoniakové sody. U skupiny, sestávající ze čtyř kolon, z nichž vždy jedna se podle dosud používaného pracovního postupu s použitím amoniakalizovaného roztoku chloridu sodného vyplachuje, je k dispozici během čtyřdenního pracovního cyklu 288 hodin pro produkci a 96 hodin je zapotřebí na proplachování. To tedy odpovídá 75% využití soustavy kolon. Při napojení páté kolony jako prázdné, činí stupeň využití dokonce pouze 60 %. U stejné skupiny kolon je při použití způsobu podle vynálezu k dispozici při době promývání vždy 8 hodin 352 hodin pro produkci, zatímco pouze 32 hodin je celkem zapotřebí pro promývání. Z toho tedy vyplývá, že se kolony využijí pro vlastní výrobu z 91,7 %.

Další zřetelná výhoda způsobu podle vynálezu je dána tím, že promývací kapalina nezůstává bezprostředně ve srážecí koloně. Oddělením usazenin obsahuje promývací kapalina nutně jisté množství nečistot, které byly buď obsaženy v krustě, nebo se s krustou oddělily z železných chladicích ploch. Zatímco tyto nečistoty se při dosavadním způsobu dostávaly dále do procesu srážení hydrogenuhličitanu sodného a později byly obsaženy i v hotovém produktu, vyplachovací kapalina při postupu podle vynálezu se po nasytění chloridem sodným podrobuje čištění, kde se vysrážejí rozpustné nečistoty a společně s nerozpustnými nečistotami, přítomnými v médiu, se oddělí. Tak se získá bez dalšího pracovního kroku čistší konečný produkt.

Vzhledem k tomu, že v protikladu ke známým způsobům "vyvařování" zanesených kolon horkou vodou a párou se podle vynálezu vyplachovací kapalina nekanalizuje a není potřebné kolony před vyplachováním vyprazdňovat. Vytlačování roztoku je možno provádět víckrát. Kolona, která byla zapnuta 3,5 dne jako pracovní, se přepne na vyplachování. Proto se uzavře přívod srážecího média a potom se nechá kolonou protékat po dobu 8 hodin proud absorpčního média. Absorpční médium vytlačuje produkční roztok. Po dobu 1,5 hodiny se může ještě odebrat na filtru suspenze hydrogenuhličitanu ze srážecí kolony, potom klesá stupeň přeměny.

Odpovídajícím způsobem se také redukuje přívod kysličníku uhličitého do kolony až na množství, které postačuje k promíchávání vyplachovací kapaliny. Nyní se otevře odleh z kolony k zařízení pro sycení solí na dobu 8 hodin. Zde se promývací médium smísí s absorpčním médiem. Potom se přítok promývací kapaliny uzavře a do srážecí kolony se opět přivede srážecí médium. Toto vytlačuje promývací kapalinu a po 1,5 hodině je vyčištěná kolona opět naplněna srážecím médiem, takže se může opět začít s plným vhnáním CO_2 . Čištění srážecí kolony je tím ukončeno.

P ř í k l a d

V zařízení pro sycení solí při výrobě amoniakové sody se chlorid sodný rozpustí ve vodném médiu, výhodně v absorpčním médiu, a získaný roztok se čistí. Po filtraci se tento amoniakalizovaný roztok chloridu sodného přivádí do srážecí kolony, jako takzvaný srážecí roztok, do kterého se současně vhná kysličník uhličitý. Z tohoto kysličníku uhličitého a chloridu sodného se tvoří hydrogenuhličen sodný, který vypadává jako těžko rozpustná sraženina, zatímco volné chloridové ionty a v roztoku přítomný amoniak jsou odváděny za tvorby lehce rozpustného chloridu amonného. Hydrogenuhličen sodný se odfiltruje a po promytí se kalcinuje na uhličen sodný. Ve zbylém filtrátu se amoniak uvolní pomocí hydroxidu vápenatého a společně s kysličníkem uhličitým, obsaženým v roztoku, se oddestiluje a vede se do absorberu, ve kterém se tyto plyny pohlcují ve vodě.

Médium chudé na chlorid sodný, odtažené z absorberu po kondenzaci amoniaku a kysličníku uhličitého, obsahuje asi 50 až 150 g/l volného amoniaku a má podstatně vyšší rozpouštěcí schopnost pro usazeniny ve srážecí koloně obsahující uhličen, než amoniakalizovaný roztok chloridu sodného, který je používán jako výchozí materiál pro výrobu amoniakové sody. Oproti rozpouštěcí schopnosti amoniakalizovaných roztoků chloridu sodného pro usazeniny obsahující uhličen, může být rozpouštěcí schopnost absorpčního média až devětkrát vyšší. Pokud se má dosáhnout stejného čistícího efektu, kterého se dosáhne pomocí 3 600 m³ amoniakalizovaného roztoku chloridu sodného za jeden den, je při způsobu podle vynálezu zapotřebí pouze 400 m³ absorpčního média.

Když se podle vynálezu použije absorpční médium jako vyplachovací kapalina, nejen že se zvýší rozpouštěné množství usazenin, obsahujících uhličen, na objemovou jednotku vyplachovací kapaliny, nýbrž se současně zvýší také rychlost rozpouštění a z toho dále vyplývá snížení doby vyplachování.

Zatímco pro jednu srážecí kolonu, pro kterou bylo zapotřebí při použití amoniakalizovaného roztoku chloridu sodného, jako vyplachovací kapaliny, doba vyplachování asi 24 hodin, přičemž přes kolonu muselo být přečerpáno 150 m³ promývací kapaliny za jednu hodinu, postačí při způsobu podle vynálezu za použití absorpčního média 8 hodin promývání, přičemž za jednu hodinu je třeba přes vyplachovanou kolonu přečerpat pouze 50 m³ promývací kapaliny. Promývací vedení a čerpadla mohou být při postupu podle vynálezu dimenzována menší než při použití amoniakalizovaného roztoku chloridu sodného jako promývací kapaliny.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob čištění srážecí kolony s vytvořenými usazeninami při výrobě amoniakové sody promýváním této kolony vodným roztokem obsahujícím amoniak, vyznačený tím, že se vyplachovanou kolonou vede absorpční médium, které se po průchodu vyplachovanou kolonou vede do zařízení pro sycení solí.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se ve vyplachované koloně srážecí roztok přímo bez mezivyplachování vytlačuje absorpčním médiem.