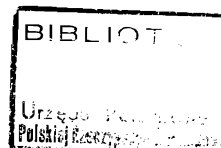


URZĄD PATENTOWY



col 6 21/40

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ
OPIS PATENTOWY

Nr 9755.

Hermann Frischer
(Kolonja Niemcy).

Kl. 12 i 28

120, 21/40

Sposób i urządzenie do stężenia kwasu azotowego.

Zgłoszono 6 grudnia 1927 r.

Udzielono 12 grudnia 1928 r.

Pierwszeństwo: 6 grudnia 1926 r. dla zastrz. 1, 2 (Niemcy).

Przy wytwarzaniu stężonego kwasu azotowego chodzi w zasadzie o to, żeby otrzymać całą ilość kwasu w stanie możliwie stężonym, przyczem ilość użytych środków odwadniających powinna być możliwie mała.

Dotąd odbywało się stężenie kwasu azotowego w kolumnach, do których wprowadzano bezpośrednio parę odciągana, potem zapomocą środków odwadniających, przyczem zużywano tych ostatnich bardzo wiele. Usiłowania zastosowania ogrzewania pośredniego nie dawały dobrych wyników, gdyż nie można było uniknąć przegrzania kwasu, a tem samem jego częściowego rozkładu, tak że wskutek strat, zachodzących przy takim procesie, metoda ta nie znalazła zastosowania w praktyce.

Udało się jednak zauważyć, że jeżeli stężenie kwasu azotowego zapomocą środków odwadniających odbywa się w kolumnach, w których części ogrzewa się z wewnątrz pojedynczo lub grupami zapomocą pary o ciśnieniu i temperaturze wzrastającej ku dołowi, to wtedy ilość zużywanych środków odwadniających zmniejsza się więcej niż 50%, a kwas azotowy nie ulega wcale rozkładowi, tak że uzysk kwasu jest prawie ilościowy.

Jeżeli w kolumnie, składającej się np. z kilku części, ogrzewa się górne części w których wytwarza się kwas azotowy silnie stężony i ulegający łatwo rozkładowi zapomocą pary o ciśnieniu 0,5—2 atm, albo zapomocą odpowiednio ogrzanej cieczy, to kwas azotowy nie rozkłada się. Dolne czę-

ści kolumny ogrzewa się z zewnątrz za pomocą pary o wyższym ciśnieniu, albo za pomocą cieczy silniej ogrzanej odpowiednio do temperatury destylacji pozostałego jeszcze kwasu azotowego. Stosując podany tu sposób unika się wszystkich wyżej wymienionych strat i niedogodności i otrzymuje się zawsze kwas silnie stężony, przyczem uzysk dorównuje prawie uzyskowi teoretycznemu. Dobrze jest zaopatrzyć poszczególne części kolumny w podwójne dna, w których może się pomieścić kwas lub mieszanina kwasowa, w ilości odpowiadającej $1\frac{1}{2}$ krotnej (i więcej) pojemności zwykłych kolumn. Stwierdzono mianowicie, że w ten sposób otrzymuje się kwas azotowy o stężeniu bardziej równomiernym, przyczem przebieg denitryfikacji kwasu siarkowego jest tem dokładniejszy, im większe ilości kwasu krążą w kolumnie.

Opisane kolumny oraz niniejsza metoda nadają się również bardzo dobrze do odzyskiwania kwasu azotowego z kwasów nitryfikacyjnych, czyli do celów denitryfikacji.

Podczas gdy przy bezpośrednim ogrzewaniu (zapomocą pary wprowadzanej do kolumny) potrzeba na tonnę rozcieńczonego kwasu azotowego 36° Bé około 2,5 tonny stężonego kwasu siarkowego o zawartości 95—97% H_2SO_4 , to w myśl niniejszego wynalazku wystarcza do tego samego celu 1,3 — 1,5 tonny kwasu siarkowego.

Na rysunku przedstawiono przykład wykonania urządzenia w myśl niniejszego wynalazku. Fig. 1 przedstawia pionowy przekrój wzdłuż osi; fig. 2—taki sam przekrój części odmiennej kolumny; fig. 3 i 4 przedstawiają w takim samym przekroju i w rzucie poziomym kolumnę opalaną w odmienny sposób.

W wykonaniu według fig. 1 użyto zbiorników *A*, *B*, *C*, *D* o kołowym przekroju, zestawionych w pionową kolumnę.

Zbiorniki te posiadają podwójne ściany, tak że powstaje płaszcz grzejny 1. Górny zbiornik jest zaopatrzony w nakrywą 3 i w rury wpustowe 4, 5 dla rozcieńczonego kwasu azotowego i stężonego kwasu siarkowego. Pary kwasu azotowego uchodzą rurą 6. Zewnętrzna ściana płaszczów grzejnych jest zaopatrzona w nasady rurowe 7, 8 do wprowadzania i wyprowadzania pary grzejnej. Płaszcz grzejny zbiorników *B*, *C* oraz *D* i *E* są połączone zapomocą rur kolankowych 9. W dnie zbiornika *F* znajduje się kurek spustowy dla kwasu siarkowego, wolnego od kwasu azotowego. Poszczególne odcinki kolumny są oddzielone od siebie zapomocą przegród lub pośrednich den 11, z których wystają pionowo rury 12 do przepuszczania par kwasu azotowego, wywiązujących się z mieszaniny kwasu azotowego i siarkowego. Rury przelewowe 13 prowadzą z przedziałów wyżej leżących do przedziałów znajdujących się niżej i są tak wykonane, żeby w każdym przedziale była zawsze dostateczna ilość mieszaniny.

Najwyższy przedział *A* ogrzewa się zapomocą pary o temperaturze $120^\circ C$, połączone ze sobą przedziały *B* i *C* — zapomocą pary o ciśnieniu 2,5 atm i o temperaturze $120^\circ C$, połączone ze sobą przedziały *D* i *E* — zapomocą pary o ciśnieniu 5 atm i o temperaturze 145 — $150^\circ C$, natomiast dolny przedział zapomocą pary o ciśnieniu 6—8 atm i o temperaturze $160^\circ C$. Rozcieńczony kwas azotowy wchodzi rurą 4 i miesza się w przedziale *A* ze stężonym kwasem siarkowym wprowadzanym rurą 5. Ponieważ przedział ten jest ogrzany tylko nieznacznie ponad $100^\circ C$, więc przegrzanie i rozkład kwasu azotowego także i tu nie może nastąpić. Gdy poziom mieszaniny podniósł się w tym przedziale do wysokości wylotu rury przelewowej 13, to mieszanina spływa stopniowo do przedziału *B*, gdzie ogrzewa się do wyższej temperatury, tak że część kwasu azotowego

zamienia się na parę i uchodzi rurami 12 do rury zbiorczej 6. Podobnie wywiązują się pary kwasu azotowego w niżej leżących przedziałach, w których temperatura jest coraz to wyższa w miarę, jak w mieszaninie ubywa kwasu azotowego, aż wreszcie reszta kwasu azotowego odparowuje w najniższym przedziale przy stosunkowo wysokiej temperaturze. Zamiast płaszców grzejnych (fig. 1) można zastosować lane ściany 15 z węzłowymi kanałami parowymi 16 (fig. 2).

Można też zaopatrzyć kolumnę w grzejniki rozmieszczone promieniowo, jak na fig. 3 i 4. Grzejniki są wykonane w postaci szerokich rur 18, zamkniętych nakrywami 19, które są zaopatrzone w nasady rurowe 21, 20 dla rury 22 doprowadzającej parę grzejną i dla odpływu tej pary. Układ takich rur grzejnych w przedziale kolumny oraz ich połączenie ze wspólną rurą odpływową i dopływową dla pary przedstawia fig. 4.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób stężania kwasu azotowego zapomocą środków odwadniających oraz

denitryfikacji kwasu nitryfikacyjnego, znamienne tem, że używa się kolumn, których części ogrzewa się pojedynczo lub grupami z zewnątrz, zapomocą ogrzanych cieczy lub zapomocą pary, której ciśnienie i temperatura wzrasta w kierunku dolnych części kolumny.

2. Urządzenie do wykonania sposobu według zastrz. 1, znamienne tem, że składa się z szeregu przedziałów (komór) ułożonych ponad sobą i zaopatrzonych w urządzenia do ich pośredniego ogrzewania zapomocą pary lub cieczy, przyczem przegrody (dna) pomiędzy temi przedziałami zaopatrzone są w rury dla przepływu pary i w rury przelewowe takiej wysokości, że w każdym przedziale znajduje się znaczna ilość mieszaniny kwasu azotowego i środka odwadniającego, np. kwasu siarkowego.

3. Urządzenie według zastrz. 2, znamienne tem, że grzejniki kilku przedziałów kolumny są parami ze sobą połączone i wspólnie opalane.

Hermann Frischer.

Zastępca: Dr. inż. M. Kryzan,
rzecznik patentowy.

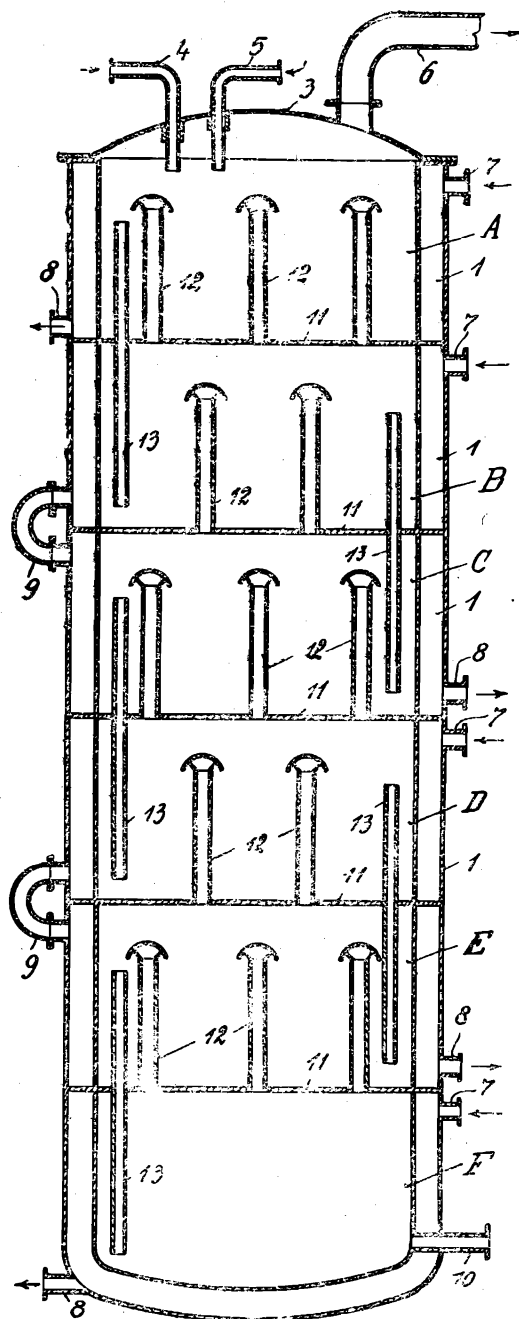


Fig. 2.

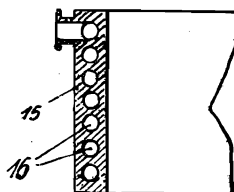


Fig. 3

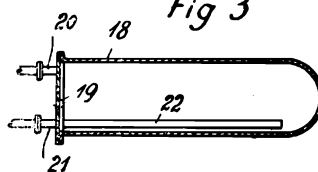


Fig. 4.

