

21 marca 1932 r.

CO7C 49/18

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 15498.

Kl. 78^c 7.

Arnold Schmid
(Wiedeń, Austria)
i Josef Meissner
(Burbach, Niemcy).

120,5/04

Sposób denitrowania kwasów odpadkowych i urządzenie, służące do przeprowadzania tego sposobu.

Zgłoszono 26 września 1928 r.

Udzielono 25 stycznia 1932 r.

Pierwszeństwo: 15 października 1927 r. (Austria).

Celem denitrowania kwasów odpadkowych wszelkiego rodzaju, rozgrzewa się kwasy, spływające bez przerwy wzdłuż wysokiej wieży, doprowadzając do nich bezpośrednio parę i rozcieńczając je równocześnie. Przy rozgrzewaniu kwas azotowy destyluje się i powstają chemiczne reakcje, utleniające substancję organiczną, podczas gdy rozcieńczanie wywołuje rozkład kwasu nitrozylo-siarkowego, wytworzonego podczas przebiegu.

Wynalazek poniższy polega na tem, że denitrowanie odbywa się pod zmniejszo-

nem ciśnieniem. Próby wykazały mianowicie, że przy stosowaniu odpowiedniej próżni możliwym jest rozkład kwasu odpadkowego przy ogrzaniu naczynia zzewnątrz, a więc nie doprowadzając pary, czemu stał dotychczas na przeszkodzie tworzący się kwas nitrozylo-siarkowy.

W próżni destyluje się główna ilość kwasu azotowego nie ulegając rozkładowi. Utlenianie substancji organicznej powstaje dopiero później, a mianowicie kosztem azotanów i tylko w niewielkim rozmiarze kosztem pozostałych resztek HNO_3 . Jeżeli

przytem stosuje się najodpowiedniejsze ciśnienie, które można bardzo łatwo oznaczyć dla każdego kwasu, i które zależy od ilości pozostałych resztek HNO_3 , azotany i organiczne substancje zużywają się wzajemnie przy tej samej reakcji. Powstaje więc odpadkowy kwas siarkowy pozbawiony azotanów, pomimo że nie został rozcieńczony.

Zaletą wynalazku polega na tem, że otrzymane końcowe produkty, odpadkowy kwas azotowy i takież kwas siarkowy, są w wyższym stopniu stężone, a więc bardziej wartościowe, niż produkty osiągane dotychczasowym sposobem.

Naczynie, w którym odbywa się reakcja, może być ogrzewane płomieniem (zapomocą ogniska rusztowego, palnika dla miazgi węglowego; oleju lub gazu), lub też prądem elektrycznym. Z powodu zmiany rodzaju ogrzewania, naczynie to posiada odmienny kształt od naczyń stosowanych dotychczas. Bardzo korzystne wyniki osiągnięto przez stosowanie retort w postaci leżącej rury, przez którą kwas przepływa powoli i bez przerwy, napełniając ją wyżej niż do połowy. Rura ta może być zaopatrzona wewnątrz w ścianki, które przedłużają drogę cieczy, nadając jej kształt linii sinusowej. Wzdłuż tej drogi kwas otrzymuje zwolna zwyżkę temperatury, dzięki działaniu środków ogrzewających, umieszczonych nazewnątrz rury. Retorta ta może jednak posiadać każdy inny dowolny kształt, zezwalający na stosunkowo długą drogę cieczy, np. kształt płaskiego pryzmatu, zaopatrzonego w ścianki, lub bez ścianek (fig. 2), kształt koła ze ściankami, umieszczone w niem współśrodkowo (fig. 3), lub spiralnie (fig. 4). Dzięki tym kształtom urządzenia, wnątrze naczynia posiada stale równomierną temperaturę, czego nie można było osiągnąć przy wieżach, opalanych zzewnątrz.

Urządzenie według wynalazku umożli-

wia również ogrzewanie dopływającego kwasu odpadkowego gorącym odpadkowym kwasem siarkowym. W tym celu kwas przeprowadza się wewnątrż retorty z powrotem rurami, naokoło których płynie kwas odpadkowy, wobec czego rury te działają równocześnie ochładzająco na kwas siarkowy i jako grzejniki dla denitrowania, oszczędzają więc wodę chłodzącą i paliwo.

Sposobem wyżej opisanym otrzymuje się kwas azotowy o 93—94% HNO_3 . Celem osiągnięcia 99—100% czystości przeprowadza się pary pomiędzy retortą a chłodnicą przez deflegmator, skrapiany ewentualnie dopływającym kwasem odpadkowym. Powstają więc chłodniejsze pary kwasu, które zgęszczają się łatwiej.

Na fig. 1 rysunku przedstawione jest jako przykład urządzenie do denitrowania kwasu odpadkowego przy otrzymywaniu nitrogliceryny.

Kwas doprowadzany rurą 1, płynie przez deflegmator 2, napełniony odpowiednim materiałem do retorty 5, przez którą przepływa ze strony lewej ku prawej, przyczem dzięki ściankom 6 otrzymuje ruchy wgórę i wdół. Wewnątrż rury 10 płynie zpowrotem odpadkowy kwas siarkowy, posiadający temperaturę 150° , który oddaje ciepło częściowo kwasowi odpadkowemu tak, że ten ostatni osiąga strefę elektrycznego grzejnika 8, w stanie znacznie podgrzanym. Całe naczynie otoczone jest warstwą 7 materiału izolującego od ciepła. Ogrzewanie reguluje się tak, że kwas po przepływie przez strefę ogrzewania posiada temperaturę 120° . W tej chwili wyparowała główna ilość kwasu azotowego, poczem rozpoczyna się utlenianie organicznej substancji, odbywające się egzotermicznie, a więc przy wytworzeniu temperatury 145 — 150° , którą wskazuje termometr 9. Kwas siarkowy odpływa komorą 11 i rurą 12 o długości 4.5 m, a pary ochłodzone i osuszone w deflegmatorze przepły-

wają przez chłodnicę w przeciwwprądzie do kondensatu tak, że wydzielają z tego ostatniego niskie tlenki azotowe i zostają doprowadzane zapomocą pompy próżniowej 15, wykonanej z materiału odpornego na kwasy, do wieży zgęszczającej 16. Kwas azotowy odprowadza się według potrzeby z naczynia 14. Ciśnienie w urządzeniu wynosi 190—200 mm słupa rtęci.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób denitrowania kwasów odpadkowych, znamienny tem, że kwasy te ogrzewa się zzewnątrz, przyczem stosuje się zmniejszone ciśnienie i omija się bezpośrednie doprowadzanie pary ogrzewającej.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że podczas przebiegu reguluje się odpowiednio szybkość przepływu kwasów, temperaturę i próżnię, dzięki czemu mate-

riały organiczne zostają w zupełności utleniane, przyczem straty kwasu azotowego są nieznaczne.

3. Urządzenie, służące do przeprowadzania sposobu według zastrz. 1, znamienne tem, że wykonane jest jako retorta, posiadająca kształt poziomej rury i ogrzewana ewentualnie elektrycznie.

4. Urządzenie według zastrz. 3, znamienne tem, że posiada deflegmator zaopatrzony w narządy, umożliwiające ciągle doprowadzanie i odprowadzanie kwasu, jak też rury o stosunkowo wielkiej długości, tak że kwasy odnitrowany i nieodnitrowany wymieniają ze sobą ciepło, utrzymując próżnię w retorcie.

Arnold Schmid.
Josef Meissner.
Zastępca: Inż. H. Sokal,
rzecznik patentowy.

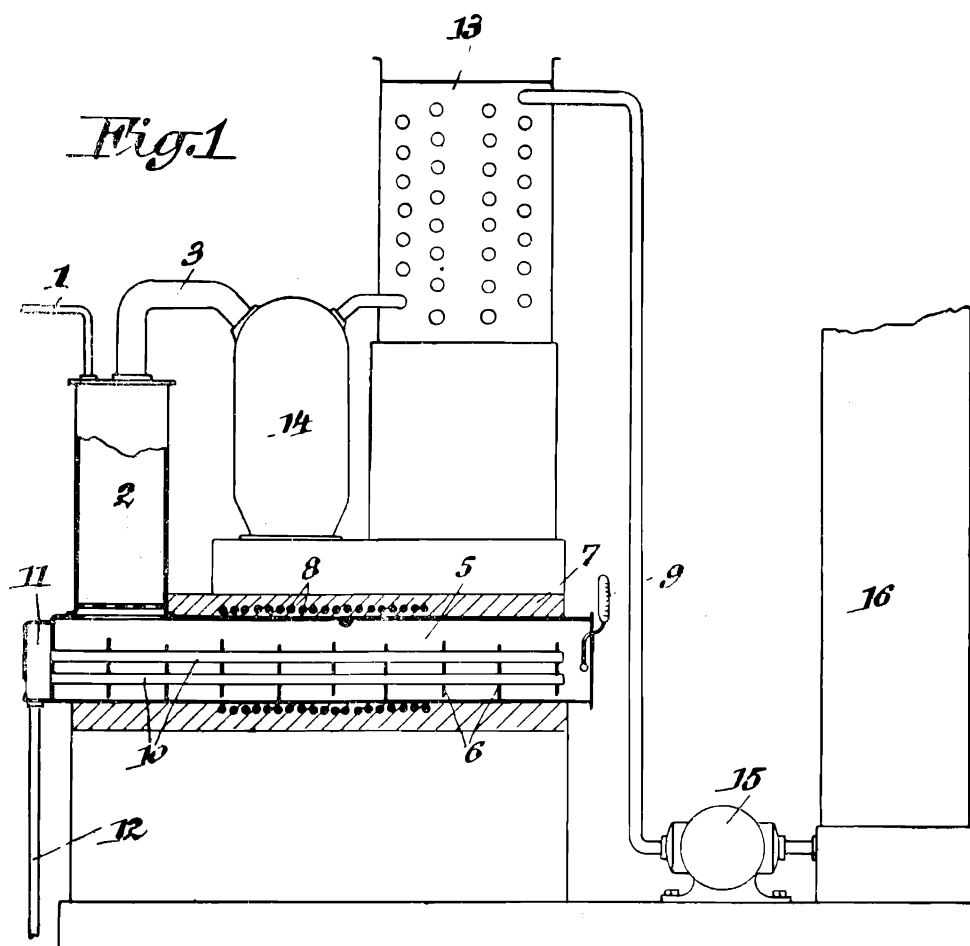


Fig.2

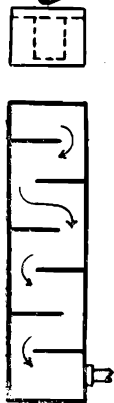


Fig.3

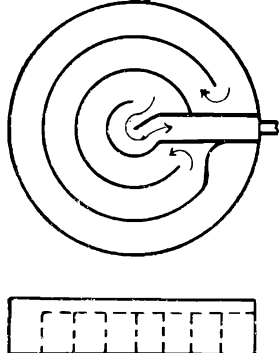


Fig.4

