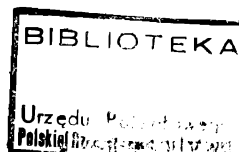


14 kwietnia 1927 r.



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY F25j 1/02

Nr 5458.

Kl. 12-11

179, 2/02

Société Anonyme Ammonia
(Paryż, Francja).

**Sposób i aparat do wydzielania w sposób ciągły wodoru
z gazów przemysłowych, a mianowicie z gazu koksowniczego.**

Zgłoszono 10 grudnia 1925 r.

Udzielono 23 lipca 1926 r.

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu ekstrahowania w sposób ciągły wodoru, zawartego w gazie pochodzącym z pieca koksowniczego, celem wytwarzania amoniaku syntetycznego drogą katalizy bezpośredniej lub do celów innych.

Stosownie do sposobu niniejszego wódor zawarty w gazie uwalnia się stopniowo i metodycznie od innych składników gazowych w temperaturze niższej w odpowiednim aparacie; wszystkie te składniki lub ich produkty skroplenia zbiera się w celu oczyszczenia i zużycia w sposób odpowiedni.

Cecha znamienne wynalazku niniejszego polega na tem, że ilość zimna (frygoryj) potrzebna do skroplenia towarzyszących wodorowi gazów wytwarza się w samym

rozdzielaczu nie tylko zapomocą środków znanych jak np. odparowywanie cieczy w temperaturze niższej od punktu wrzenia cieczy otrzymywanych z obrabianych gazów i następnie rozprężanie wypływającego z aparatu gazu w odpowiednim silniku, lecz również zapomocą odparowywania większej lub mniejszej ilości azotu płynnego, doprowadzonego ze źródła postronnego.

W ten sposób do rozdzielacza można doprowadzić nieograniczoną ilość frygoryj o temperaturze bardzo niskiej, gdyż punkt wrzenia azotu wynosi około — 196°C. Pozwala to z łatwością skroplić w stopniu żądanym towarzyszące wodorowi gazy, jak np. tlenek węgla i azot. Można również w

ten sposób osiągnąć większą czystość wypływającej z aparatu mieszaniny wodoru i azotu, niż to było możliwe w aparatach znanych.

Czystość ta jest pożądana nie tylko ze względu na samo zastosowanie otrzymanego gazu, lecz ponadto i dlatego, że niema obawy zatykania się zestalonym tlenkiem węgla otworów wydechowych w silniku rozprężającym gaz i wypływającym z aparatu.

Inna cecha wynalazku polega na tem, że wodór po wyjściu z rozdzielacza przeływa się azotem ciekłym, a to w celu nasylenia go w stopniu żądanym azotem gazowym, np. w stopniu potrzebnym do bezpośredniej syntezy amoniaku.

Miarkowanie tej ilości azotu zależy od prężności par azotu i daje się z łatwością osiągnąć zapomocą miarkowania rozprężania wodoru w silniku, wskutek tego mianowicie, że prężność ta silnie się zmienia wraz z temperaturą w pobliżu 200°C i wobec tego, jest czuła na zmiany temperatury przepływającego przez płynny azot rozprężonego wodoru.

Ponadto inna cecha wynalazku polega na tem, że przerabiany gaz, uwolniony uprzednio od pary wodnej, bezwodnika węglowego i węglowodorów ciężkich, i sprężony do 20—30 atm przechodzi kolejno po ochłodzeniu się w wymienniczu ciepła przez dwa rozdzielacze, z których pierwszy zawiera z jednej strony wiązkę rurek, przez którą przepływa gaz, i która ochładza się w kąpeli metanu, wrzącego pod ciśnieniem atmosferycznym t. j. w temperaturze — 164°C, z drugiej zaś strony — kolumnę zasilającą rzeczoną kąpiel metanową metanem czystym, otrzymywanym z oczyszczania mieszaniny metanu i tlenku węgla, skroplonej w aparacie. Drugi rozdzielacz zasilany gazem, uwolnionym w ten sposób od większej części metanu i tlenku węgla, składa się z wiązki rurek, które w części górnej ochładza się rozprężającym

się wodorem, uchodzącym z silnika, w części środkowej przez strumienie płynnego, wrzącego azotu ze źródła postronnego i wreszcie w części dolnej — azotem gazowym, otrzymanym przy odparowywaniu azotu płynnego.

W ten sposób gaz, przepływając przez wiązkę rurek zdołu do góry, otrzymuje niezbędną ilość frygoryj, gdyż ilość użytego do ochładzania azotu płynnego jest nieograniczona, wskutek czego można otrzymać ostatecznie temperaturę wiązki rurek tak niską bez względu na ilość przepływającego przez aparaturę gazu. Wobec tego stopniowe oczyszczanie wodoru zapomocą skraplania i uszeregowania składników coraz to trudniej się skraplających w wiązce rurek, ochładzanej w ten sposób, jest dokładniejsze, niż gdyby całkowita ilość frygoryj (zimna) zastosowana była wyłącznie dla uprzednio skroplonego gazu podlegającego obróbce.

Załączony rysunek uwidacznia schematycznie tytułem przykładu w przekroju pionowym zespół aparatów, zbudowanych według niniejszego wynalazku.

Podlegający obróbce gaz, uwolniony uprzednio od pary wodnej, bezwodnika węglowego i węglowodorów ciężkich i zawierający tylko metan, tlen, tlenek węgla, azot i wodór dopływa pod ciśnieniem 20—30 atm i w temperaturze około — 100°C przewodem 1 do części dolnej 2 rozdzielacza 3. Rozdzielacz 3 składa się z wiązki rurek 4, umieszczonych w kolumnie rektyfikacyjnej 5, których wyloty łączą się przewodem 6 z płaszczem wymiennicza ciepła 7. Przewód 8 łączy płaszcz 7 z częścią dolną 9 drugiego rozdzielacza 10, który przecina wiązkę długich i jednocześnie wąskich rurek 11. Wyloty rurek 11 w części górnej rozdzielacza 10 łączą się przewodem 12 z częścią dolną wymiennicza 7, której część górna łączy się przewodem 13 z rozprężającym gaz silnikiem 14. Przegroda 15 oddziela część górną rozdzielacza 10 w po-

stacji komory 16, której część górna łączy się z silnikiem 14 przewodem 17 stanowiącym przewód wydechowy silnika, część dolna zaś — przewodem 18 z komorą 19, umieszczoną w części górnej rozdzielacza 3 i ograniczoną u dołu przegrodą 20.

W kolumnie 5 nad wiązką rurek 4 mieści się szereg półek 21, z których spływa ciecz, doprowadzona z dolnych części rozdzielaczy 3 i 10 przewodami 22 i 23 do natrysku 24.

Z drugiej strony w kolumnie 10 pod przegrodą 15 mieści się szereg zaopatrzonych w przelewy półek 25 i szereg ustawionych przegród (półek) 26; nad przegrodą 15 w komorze 16 umieszcza się również przegrody 27; takie same przegrody 28 znajdują się w komorze 19.

Przewód 29 doprowadza do górnej części komory 19 azot płynny ze źródła postronnego w ten sposób, że rozlewa się on po przegrodach 28, spływając kaskadą z jednej na drugą. Z dolnej części komory 19 azot spływa przewodem 30, którego wylot mieści się tuż nad przegrodą 15, do rozdzielacza 10. Przewód ten zaopatrzony jest w odnogę 31, którą w razie potrzeby można doprowadzać dodatkową ilość płynnego azotu. Przewody 32 i 33 prowadzące z kolumny 5, z jednej strony, i przewód 34 z rozdzielacza 10 z drugiej strony służą do odprowadzania gazów, oprócz wodoru. Przewody te łączą się we wspólny przewód wylotowy 35, lecz odpowiednie kurki, w jakie zaopatrzony jest tenże, pozwalają usuwać gazy te oddzielnie. Cyfra 36 oznacza przewód, przez który odpływa wodór nasycony azotem.

Zespół aparatów działa przy pracy normalnej w sposób następujący:

Przerabiany gaz oczyszczony i sprężony dopływa przewodem 1, jednocześnie przewodem 29, a ewentualnie i — 31 dopływa, sprężony w razie potrzeby, azot płynny. Obieg gazów w części dolnej rozdzielacza 3 wskazują strzałki. Gaz po

przejściu przez wiązkę rurek 4 płynie do wymiennicza ciepła 7, a stąd do części dolnej rozdzielacza 10 i dalej podnosi się rurkami do góry i przez przewód 12 rurki wymiennicza 7 i przewód 13 do silnika 14, gdzie rozprężając się, wykonywa pracę. Rozprężony i ochłodzony, a ewentualnie o pewnem przeciwcisnieniu gaz przepłókuje komorę 16, następnie płynie do komory 19, gdzie nasycy się azotem i uchodzi przewodem 36.

W tym samym czasie azot ciekły, doprowadzany przewodem 29, spływa kaskadowo na spód komory 19, przechodzi przewodem 30 do rozdzielacza 10, gdzie spływa z przegrody na przegrodę 25 i wrząc ochładza energicznie rurki 11; wydzielający się w stanie gazowym, azot przepływa zygzakowato, opłókując przegrody 26 i uchodzi przewodem 34 i 35.

Z drugiej strony skropliny osadzające się na ściankach wewnętrznych rurek 4 i 11 ściekają na dno rozdzielaczy, skąd przewodami 22, 23, 24 doprowadzane są do górnej części kolumny 5, w której panuje pewne nadciśnienie. W kolumnie tej ciecz spływa kaskadowo na przegrody 21; składniki nielotne rzeczony cieczy osiadają na rurkach 4 i parując ochładzają je. Wydzielający się gaz uchodzi przez przewody 32 i 33.

Jest nader łatwo miarkować wymiary różnych części aparatu i warunki działania, a mianowicie można z łatwością miarkować dopływ płynnego azotu, stopień rozprężania w silniku w ten sposób, aby w wiązce rurek 4 skroplić prawie całkowitą ilość metanu i większą część tlenku węgla, w wiązce zaś rurek 11 pozostałą ilość metanu i tlenku węgla, jak również i tlenu i większą część azotu.

W ten sposób do górnej części rozdzielacza 10 dopływa czysty wodór, zmieszany z nieznaczną ilością azotu i zawierający ponadto całą ilość gazów rzadkich.

Wodór ten odchodzący z najchłodniejszej

części rozdzielacza 10, służy, przepływając np. wymiennicz ciepła 7, gdzie ulega ogrzaniu, do ochładzania gazu uchodzącego z pierwszego rozdzielacza 5; z wymiennicza ciepła 7 wodór płynie wreszcie do silnika 14. Dzięki jego czystości niema obawy zatykania przewodów wydechowych silnika i rozprężenie jego można doprowadzić tak daleko, aby w komorze 16 wytworzyła się temperatura — 205° lub w razie potrzeby — jeszcze niższa.

W ten sposób przerabiany, gaz, uwolniony w pierwszym już rozdzielaczu od większej części metanu i tlenku węgla, przepływając wiązkę rurek 11, poddaje się działaniu coraz to niższej temperatury, która zmienia się od 180°C, jaka panuje w dolnej części rurek 11, w przybliżeniu do — 196°C w pobliżu przegród 25, opłókiwanych wrzącym azotem, i wreszcie obniża się do — 205° w komorze 16.

Ewentualne zanieczyszczenia wodoru zostają wymyte zapomocą ciekłego azotu, podczas przepływu wodoru między przegradami 28.

W wypadku wytwarzania amonjaku, dopływ azotu ciekłego przez przewód 29, jak również temperaturę i ciśnienie wodoru dopływającego do komory 19, należy miarkować w ten sposób, aby ten ostatni pochłoniął azot gazowy w ilości ściśle potrzebnej t. j. około 33%. Osiąga się to z łatwością bez potrzeby uciążliwego ochładzania komory 16, gdyż, jak to już zaznaczono powyżej, w celu zmniejszenia znacznej prężności pary azotu ciekłego wystarczy zmienić temperaturę o kilka zaledwie stopni np. do — 200°C.

Gdyby ilość dopływającego przewodem 29 azotu ciekłego nie wystarczyła do utrzymywania w rozdzielaczu 10 temperatury dostatecznie niskiej, natenczas można temu z łatwością zaradzić, doprowadzając dodatkową ilość azotu przez przewód 31.

Należy zaznaczyć, że ciecz wypływająca z natrysku 24, zawierająca metan i tle-

nek węgla, spływając nadół, oczyszcza się wskutek czego na spodzie kolumny 5 otrzymuje się metan w stanie czystym. Uchodzący przewodem 32 metan gazowy, w razie potrzeby, zbiera się oddzielnie.

Wynalazek niniejszy nie ogranicza się do formy wykonania, uwidocznionej schematycznie tytułem przykładu, lecz można zmieniać kształt i działanie rozmaitych części urządzenia, jak również ciśnienie i temperaturę w tych ostatnich.

Np. komory 16 i 19 umieszczone bezpośrednio nad rozdzielaczami 5 i 10 można umieścić oddzielnie od tych ostatnich, również i przegrody w kolumnach mogą być rozmieszczone inaczej i t. d.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób ciągły wydzielania wodoru z gazów przemysłowych, a mianowicie z gazu koksowniczego, zapomocą stopniowego skraplania w niskiej temperaturze pozostałych jego składników, znamieny tem, że po puszczeniu aparatu w ruch stosuje się tylko zimno (frygorję), wytwarzane rozprężaniem, odzyskując pracę zewnętrzną, czystego już wydzielonego wodoru sprężonego i, jako dodatkowe źródło zimna, azot ciekły, pochodzący ze źródła postronnego.

2. Sposób według zastrz. 1 do przygotowywania mieszaniny z dowolnej ilości wodoru i azotu do otrzymywania amonjaku syntetycznego, znamieny tem, że wodór przepuszcza się przez azot ciekły po rozprężeniu się uprzedniem w silniku rozprężającym gaz.

3. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że podlegający obróbce gaz ochładza się stopniowo w dwóch oddzielnych rozdzielaczach, z których jeden ochładza się wrzącym metanem ciekłym, drugi zaś przeważnie azotem ciekłym i wreszcie rozprężonym wodorem.

4. Sposób według zastrz. 1—3, zna-

mienny tem, że ilość pochłoniętego przez wodór azotu miarkuje się, regulując stopień rozprężania wodoru, który ochładza ostatnią część rozdzielacza.

5. Aparat do przeprowadzenia sposobu według zastrz. 3 i 4, znamieny tem, że rozdzielacz pierwszy zaopatrzony jest w kolumnę rektyfikacyjną, która zasilana jest

skroplinami obu rozdzielaczy, w dolnej części której gromadzi się metan, przeznaczony do chłodzenia przerabianego gazu.

Société Anonyme Ammonia.

Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

