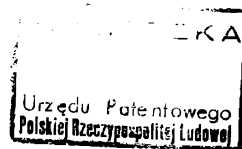


25 marca 1927 r.



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY *CAOK 1101*

Nr 5259.

Kl. 26 d 8.

Peter v. d. Forst
(Lintfort, Niemcy).**Sposób uzyskiwania z gazów amonjaku i jego związków.**

Zgłoszono 23 czerwca 1924 r.

Udzielono 23 czerwca 1926 r.

Pierwszeństwo: 23 czerwca 1923 r. dla zastrz. 1; 19 stycznia 1924 r. dla zastrz. 2, 6; 10 kwietnia 1924 r. dla zastrz. 3, 4, 5, 7 (Niemcy).

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu oddzielnego uzyskiwania amonjaku i jego stałych związków z gazów, szczególnie z gazów otrzymywanych przy destylacji paliwa, a zawierających amonjak lub jego stałe związki, oraz sposobu uzyskiwania soli amonjakowych, zwłaszcza chlorku amonu, bez użycia wapna, w celu otrzymania wód zużytych, wolnych od wapna. W myśl wynalazku osiąga się to w ten sposób, że gaz, zawierającego amonjak, nie ochładza się wcale lub tylko do temperatury nieco wyższej od jego temperatury skraplania i w tym stanie płóczy się go w dmuchawie strumieniowej lub w płóczy zapomocą jego własnego kondensatu, który krąży bez przerwy pod działaniem pompy. Następnie gaz ten zależnie od jego temperatury—chłodzi się

lub ogrzewa do takiej temperatury, żeby wychodził z chłodnicy o temperaturze wyższej od temperatury punktu skraplania gazów amonjakalnych. Wskutek takiego płókania i chłodzenia uzyskuje się stałe związki amonjaku w chłodnicy w postaci stężonego roztworu, z którego można otrzymać sole bezpośrednią krystalizacją, np. działając nań ogrzanym powietrzem w skrubierze lub podobnym urządzeniu. Gaz uchodzący z chłodnicy zawiera już tylko wolny amonjak, który uzyskuje się w znany sposób bezpośrednio z gazu w nasycaczu kwasowym, w postaci siarczamu amonowego lub również w znany sposób strąca się go z wody ochładzaniem i przeprowadzaniem wody gazowej przez kolumnę destylacyjną, przyczem nie używa się w tym wypadku dodatku wapna,

bo woda gazowa zawiera już tylko wolny amonjak. Zresztą można uzyskać amonjak z gazu zawierającego już tylko wolny amonjak, w dowolny inny sposób.

Dołączony rysunek przedstawia sposób wykonania wynalazku niniejszego, przy czem urządzenie przedstawione na fig. 1, służy do oddzielnego uzyskiwania wolnego amonjaku i jego związków, fig. 2 przedstawia część urządzenia według fig. 1, w połączeniu z urządzeniem do uzyskiwania soli, ze stężonego roztworu soli amonjakowych.

Postępuje się w sposób następujący:

Gaz dopływający z pieców wprowadza się bezpośrednio (lub po takim ochłodzeniu, aby jego temperatura nie spadła poniżej punktu skraplania się amonjaku) do stosownego urządzenia *a* (fig. 1) np. do dmuchawy strumieniowej lub podobnego urządzenia, gdzie gaz dokładnie się płoczce i to najlepiej zapomocą jego własnego kondensatu, będącego stale w obiegu, przyczem równocześnie lub bezpośrednio potem chłodzi się gaz wraz z jego wodą płózkową w chłodnicy *b*, lecz tylko do tego stopnia, żeby gaz wychodzący z chłodnicy *b* miał jeszcze temperaturę wyższą od punktu skraplania, więc np. 78 do 80° C, jeżeli jego temperatura skraplania się wynosi 76° C. Zależnie od temperatury, z jaką gaz wchodzi do chłodnicy *b* ulega on tam chłodzeniu lub ogrzewaniu. W zimie może zachodzić potrzeba ogrzewania chłodnicy, aby wymagana temperatura mogła być zachowana. Ogrzewanie to może się odbywać pośrednio zapomocą pary lub ciepła odlotowego. Ciecz wypływająca u dołu z chłodnicy *b* odchodzi do zbiornika *m*, skąd pompa *p* wprowadza ją znowu do płóczki *a*. Przy zachowaniu podanych stosunków temperatury ciecz krążąca w *a* i *b* jest silnie stężonym roztworem soli amonjaku.

Gaz uchodzący z chłodnicy *b* w *b'*, można dodatkowo ochłodzić w drugiej chłodnicy *c* (fig. 1) tak że teraz opada woda gazowa, a wraz z nią wolny amonjak, który

zbiera się w zbiorniku *n*, skąd prowadzi się go do znanych kolumn destylacyjnych, gdzie traktuje się go parą, bez dodawania wapna z powodu braku zawartości stałych związków amonjaku, wreszcie przeprowadza się go jak zwykle wraz z gazem przez nasycacz kwasowy *d*.

Próby wykazały, że woda odpływowa z kolumn destylacyjnych zawiera zaledwie ślady amonjaku, więc odpowiada przepisany warunkom, co jest zarazem dowodem, że opisany sposób umożliwiła prawie całkowite oddzielenie wolnego amonjaku od jego związków. Jednakowoż można także gaz tłoczyć wprost do kąpieli kwasowych *d* w tym stanie, w jakim on opuszcza chłodnicę *b*, więc bez dalszego ochładzania i wraz z wodą gazową, więc przy stosownie powiększonym nakładzie pracy nasycacza gazu. Albo też można wodę amonjakalną, zawierającą tylko wolny amonjak i uzyskaną kondensacją w *c*, zmusić do parowania zapomocą wymiany ciepła w prądzie gazu względnie wydzielać amonjak przy pomocy ciepła i innych sposobów dyspozycji. Można by np. wodę amonjakalną z chłodnicy *c*, zawierającą tylko wolny amonjak, zużytkowywać jako pośredni środek chłodzący w chłodnicy *b* i tam ogrzać ją do wysokiej temperatury, około 80° C, a potem wprowadzić ją w małej płóczce spływowej w prąd gazu, tuż przed nasycaczem *d*. Ochłodzony gaz przepływając przez tę płóczkę spływową pochłania całkowicie wolny amonjak, natomiast pary wodnej pochłania stosunkowo mało, tak, że jego temperatura wzrasta zaledwie o kilka stopni.

Uzyskany w chłodnicy *b* stężony roztwór soli amonjakowej (o ile nie musi być znowu przepompowany), można teraz dodać do roztworu nasycacza amonjaku *d*, gdzie można go całkowicie przerobić bez wytwarzania ługu siarczynowego nasycacza i bez specjalnego doprowadzania ciepła. Jeżeli natomiast chce się roztwór soli amonjakowej odparować jako taki, aby uzyskać

czyste sole, przede wszystkim chlorek amonu, to wtedy nadmiar roztworu soli amonjowych z *b* przeprowadza się do mniejszego skrubera *g* (fig. 2) i powoduje krystalizację zapomocą przeprowadzania ciepłego powietrza, którego temperatura jednak, w celu uniknięcia strat, nie powinna przekraczać 75° C.

Aby w skruberze *g* związać wolny amonjak, ślady którego znajdują się jeszcze ewentualnie w spływającym roztworze chlorku amonu, zaleca się zneutralizowanie tego roztworu przed jego wejściem do płóczki zapomocą kwasu solnego lub podobnej substancji. W czasie parowania w płóczce roztwór staje się stopniowo słabo kwaśny i w celu uniknięcia oddziaływania tego zakwaszonego roztworu na żelazo płóczki i podobnych urządzeń neutralizuje się go lub słabo alkalizuje dodaniem wody amonjakowej lub innych roztworów zasadowych, przez co równocześnie wydziela się z roztworu zanieczyszczenia i zabezpiecza produkcję czystej soli chlorku amonu.

Poza skruberem *g* dołącza się celowo jeszcze jedną chłodnicę *k*, w której strąca się niewielkie ilości amonjaku uniesionego z płóczki *g* prądem powietrza lub gazu, dodając w płóczce *k* do krążącego roztworu soli chlorku amonu, część pobranej wody, lecz tylko tyle, żeby to nie wpływało szkodliwie na strącanie chlorku amonu, albo też kondensat opadający w *k* dodaje się (tak jak przedstawiono) do wody amonjakalnej w zbiorniku *n*. Wreszcie przez gorącą i wolną od wapna wodę odpływową kolumny destylacyjnej można też przepędzać ciepły lub zimny prąd powietrza, aby wypędzić fenole i inne domieszki tak, że ta woda odpływowa staje się również zupełnie nieszkodliwą. Ewentualnie można też tę wodę całkowicie odparować.

W chłodnicy *b* wydziela się wraz z chlorkiem amonu smoła, którą ze zbiornika *m* odprowadza się do niżej położonego zbiornika (nieurwidocznionego) i wyługowu-

je zapomocą przeciwprądu wody amonjakowej nie zawierającej już wcale lub niewiele stałych związków amonowych, uwalniając ją w ten sposób od chlorku amonowego. Wodę płóczkową smoły można dodawać do wody płóczkowej aparatu *d*. (Okazało się, że wolna od wapna woda amonjakalna, pochodząca z opisanego procesu, zawiera np. niewiecej jak 0,01% amonjaku).

Jeżeli chodzi o wyzyskiwanie amonjaku z gazów destylacji paliwa i o zwiększenie stosunku ilości chlorku amonu, uzyskiwanego z paliwa, względem ilości uwalnianego amonjaku, to można powiększyć ilość uzyskiwanego chlorku amonowego dodając soli kuchennej lub podobnej substancji do destylowanych materiałów; w ten sposób przy koksowaniu np. węgla kamiennego można uzyskać większą część amonjaku w postaci chlorku.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób uzyskiwania amonjaku i jego związków z gazów w szczególności z gazów destylacyjnych, znamienny tem, że w celu oddzielnego uzyskiwania amonjaku i jego związków wprowadza się gorący gaz, dopływający z miejsca wytwarzania bezpośrednio więc bez chłodzenia lub z chłodzeniem do temperatury wyższej od temperatury skraplania się gazu, do dmuchawy strumieniowej albo do płóczki lub podobnego urządzenia, gdzie odbywa się płókanie gazu zapomocą jego własnego, stale przepompowywanego kondensatu, a równocześnie lub zaraz potem wprowadza się gaz wraz z wodą płóczkową do chłodnicy, gdzie, zależnie od jego temperatury wyjściowej, chłodzi go się lub ogrzewa, tak, że gaz ten opuszcza chłodnicę z temperaturą nieco wyższą od jego temperatury skraplania, przyczem stałe związki amonjaku, znajdujące się w gazie, wydzielają się w czasie tego procesu płókania i chłodzenia w postaci stężonego roztworu, podczas gdy wolny

amonjak, zawarty w gazie, uchodzi z chłodnicy razem z nim, poczem wydziela go się w znany sposób np. dalszem oziębianiem gazu zapomocą wody gazowej, z której wydziela się go bez zastosowywania wapna albo też wraz z gazem prowadzi go się do nasycacza kwasowego.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że roztwór soli amonjakalnych uzyskany w chłodnicy (b), wprowadza się do małego skrubera lub podobnego urządzenia i odparowuje się do krystalizacji zapomocą ciepła podgrzanego powietrza lub gazu, którego temperaturę utrzymuje się na wysokości niepowodującej żadnych strat amonjaku.

3. Sposób według zastrz. 2, znamieny tem, że roztwór soli amonjakalnych w skrubrze neutralizuje się kwasem, w szczególności kwasem solnym, w celu związania znajdującego się w roztworze wolnego amonjaku, a odpowiednio do zakwaszenia roztworu w wyparniku neutralizuje się go lub słabo alkalizuje dodaniem wody amonjakalnej lub innych cieczy zasadowych.

4. Sposób według zastrz. 2 lub 3, znamieny tem, że prąd ciepłego powietrza lub gazu, służącego do odparowywania roztworu soli amonjakalnych, prowadzi się po

przejściu przez skrubier do chłodnicy, w której wydziela się z niego o ile możności tylko tyle wody, ile potrzeba do związania amonjaku odprowadzanego przez misę skrubera.

5. Sposób według zastrz. 1, 2 lub 3, znamieny tem, że wodę odpływową, pochodzącą z aparatów destylacyjnych amonjaku, przerabia się prądem powietrza lub gazu.

6. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że smołę strąconą w chłodnicy gazu wyługowuje się zapomocą wody amonjakalnej, która nie zawiera wcale lub ślady związków amonjaku i służy potem również jako woda płóczkowa dla gazu.

7. Sposób według zastrz. 1—6, przy uzyskiwaniu amonjaku z gazów destylacji paliwa, znamieny tem, że w celu powiększenia ilości uzyskanego chlorku amonu w stosunku do całej ilości amonjaku uwolnionego z gazów, stosuje się do destylowanego paliwa dodatek soli kuchennej lub podobnej substancji.

Peter v. d. Forst.
Zastępca: M. Kryzan,
rzecznik patentowy.

