

Warszawa, 6 marca 1939 r.

URZĄD PATENTOWY



C 01 c 1/14
BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polski

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 27826.

Kl. 12-k, 2.

12 k, 1/14

Michał Chorąży
(Ruda Śląska, Polska).

Sposób otrzymywania siarczanu amonowego w postaci grubo krystalicznej.

Zgłoszono 20 listopada 1937 r.

Udzielono 29 grudnia 1938 r.

Znane są sposoby otrzymywania siarczanu amonowego w postaci grubo krystalicznej z amoniaku, zawartego w gazie koksowniczym, przez zaopatrzenie nasycalnika, wypełnionego kąpielą z rozcieńczonego kwasu siarkowego, w odpowiednie urządzenia, które utrzymują świeżo utworzone kryształki siarczanu amonowego możliwie długo w strefie nasycenia powodując w ten sposób ich wzrost. Do tego samego celu stosuje się również przedmuchywanie kąpeli za pomocą powietrza, gazu lub pary, wprowadzanych od dołu do nasycalnika, bądź też mieszanie roztworu za pomocą mieszadła mechanicznego. Wreszcie przez odpowiednie wprowadzanie amoniaku względnie gazu zawierającego amoniak do nasycalnika uzyskuje się również

intensywny ruch cieczy. Wskutek silnego ruchu cieczy ustala się równocześnie w całym nasycalniku jednakowy skład kąpeli, którą należy utrzymywać w stanie możliwie słabo kwaśnym, w granicach uzależnionych jednakże od stopnia wymycia amoniaku z gazu koksowniczego. Skład kąpeli odgrywa tutaj ważną rolę ze względu na znaczną zależność rozpuszczalności $(NH_4)_2SO_4$ od stężenia kwasu siarkowego w kąpeli.

Znany jest nasycalnik ze środkową rurą gazową, zakończoną turbinką, zbudowaną ze skośnie pochylonych łopatek 16 (fig. 1). Gaz wychodzący tą rurą nadaje całej cieczy ruch obrotowy, styczny do ścian nasycalnika, przy czym silny prąd powietrza względnie gazu jest doprowadzany

przez pierścień lub innego rodzaju urządzenie u spodu nasycalnika. Wskutek jednak tego, że zarówno u góry cieczy, jak też i u spodu nasycalnika otrzymuje się w tych warunkach ruch obrotowy w tym samym kierunku 10, 11 (fig. 2), sól jest odrzucona na ściany nasycalnika i spada na dno w postaci drobnego miazgu. Kwas jest doprowadzany w tym urządzeniu przez rurę 1 na pierścień przymocowany do rury środkowej i znajdujący się ponad zwierciadłem cieczy.

Poważną wadą znanych dzisiaj urządzeń i sposobów otrzymywania soli amonowej w postaci grubo krystalicznej za pomocą procesu izotermicznej krystalizacji ciągłej jest narastanie twardej soli w miejscu wejścia gazu do kąpielii siarczanej, we wszystkich zwężeniach profilu nasycalnika oraz wokoło urządzeń, wprowadzających u spodu sprężony gaz czy też powietrze. Wskutek powyższego już po kilku dniach wielkość wytwarzanych kryształów $(NH_4)_2SO_4$ szybko maleje i spada poniżej przepisowej normy wymaganej w handlu, a równocześnie rośnie ciśnienie gazu przed nasycalnikiem wskutek wytwarzania się coraz większego oporu w samym nasycalniku.

Obecnie można zaradzić częściowo tym trudnościom w ten sposób, że co kilka dni zakwasza się kąpiel do stężenia powyżej 15% kwasu siarkowego, wskutek czego twarda sól, narosła w nasycalniku, rozpuszcza się w znacznej mierze, następnie przez dodanie czystej wody doprowadza się kąpiel siarczaną do pożądanego małego stężenia, wynoszącego około 3%. Następuje potem ponowne nasycanie kąpielii amoniakiem aż do zawartości 40 — 45% kryształów w ługu. Należy zaznaczyć, że sposób powyższy nie rozwiązuje zagadnienia całkowicie, ponieważ przede wszystkim nie prowadzi do zupełnego usunięcia wspomnianej krusty, tak że po dwu-, a najwyżej trzykrotnym zakwaszeniu trzeba na-

sycalnik wyłączyć z ogólnego ruchu, otworzyć i mechanicznie oczyścić. Poza wspomnianą trudnością sposób powyższy prowadzi do produkcji znacznych ilości soli bardzo drobnej i to w okresie zarówno przed zakwaszeniem kąpielii, jak i po nim. Konieczność częstego otwierania i czyszczenia ręcznego nasycalników stwarza poważne koszty i utrudnienia w ruchu, a silne zakwaszenie kąpielii wpływa niekorzystnie na metalowe części nasycalnika, wirówek i przewodów, którymi przepływa ług, oraz daje sól o znacznym procencie wolnego kwasu.

Wszystkim tym trudnościom zapobiega sposób według wynalazku, który polega na tym, że do nasycalnika wprowadza się przez rurę środkową, zakończoną kilkunastoma otworami prostokątnymi, owalnymi itd., gaz do kąpielii siarczanej, przy czym gaz wchodzi w kierunku strzałki, oznaczonej na fig. 3 liczbą 11, zupełnie spokojnie bez tworzenia jakichkolwiek wirów, dobrze rozdzielony na całej przestrzeni nasycalnika. Jednocześnie za pomocą powietrza lub gazu, wdmuchiwanego w kierunku strzałki, oznaczonej na fig. 3 liczbą 10, pod ciśnieniem około 0,5 atmosfery przez odpowiednie urządzenie u spodu nasycalnika, wytwarza się silny wir cieczy w kształcie stożka zwróconego wierzchołkiem w dół 10, 11 (fig. 3). Do rury środkowej wprowadzone są przewody ołowiane lub ołowiowane, zakończone pierścieniem z otworami, przez które wciąga się stężony kwas siarkowy. Kwas ten wytryskuje z licznych otworków, znajdujących się w kilku rzędach na obwodzie pierścienia, obmywa dokładnie ściany rury nie pozwalając na osadzanie się krusty zarówno w samej rurze, jak też i w miejscu, w którym gaz wchodzi do kąpielii. W celu uniknięcia tworzenia się krusty wokoło rury 17, doprowadzającej sprężone powietrze względnie gaz, przepuszcza się przez nią co pewien czas w razie potrzeby kwas siarkowy, gorącą wodę lub

silny strumień pary. W razie, gdy ma się do czynienia z nasycalnikiem, zaopatrzonym w dwie lub kilka rur wprowadzających gaz, wówczas urządzenia, doprowadzające stężony kwas siarkowy, wprowadza się do każdej rury gazowej z osobna.

Zastosowanie opisanego sposobu pozwala na otrzymywanie jednorodnego siarczanu amonowego w postaci grubo krystalicznej przez czas praktycznie biorąc nieograniczony, bez potrzeby zakwaszania kąpieli powyżej 5% wolnego kwasu względnie zatrzymywania i mechanicznego oczyszczania urządzenia. Sposób według wynalazku

pozwała wreszcie na równomierne rozdzielanie kwasu w całym roztworze, dzięki czemu nie mogą powstawać w nasycalniku miejsca o różnym stopniu zakwaszenia, powodujące w danych urządzeniach silne zakłócenia właściwej krystalizacji.

Dla przykładu zestawiono w podanej niżej tabeli przebieg procesu krystalizacji w istniejących urządzeniach do produkcji soli grubo krystalicznej. Jak widać już po 6-ciu dniach następuje spadek wielkości kryształów poniżej wspomnianej uprzednio normy, wynoszącej 40% kryształów powyżej 0,5 mm, oraz 95% kryształów powyżej 0,2 mm.

Wyniki próby sitowej	d n i e						
	1	2	3	4	5	6	7
Ilość kryształów w ‰ we frakcji > 0,5 mm	35	56	70	64	52	46	39
w > 0,2 mm	94	96	98,5	97	96	95	94

Po zastosowaniu sposobu według wynalazku nawet po upływie kilku miesięcy wielkość kryształów nie spada poniżej 70% (kryształy > 0,5 mm) względnie 98% (kryształy > 0,2 mm).

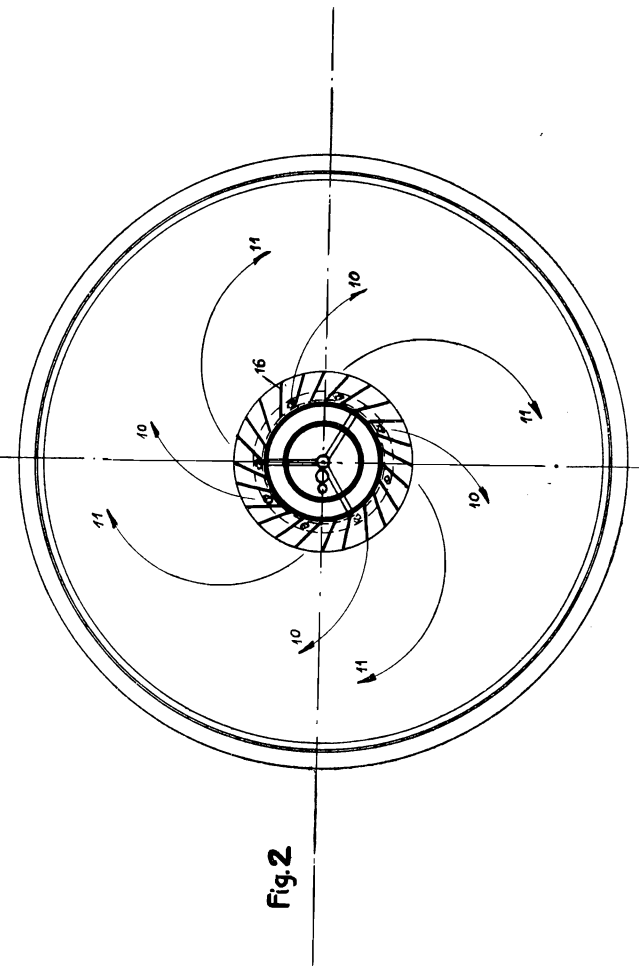
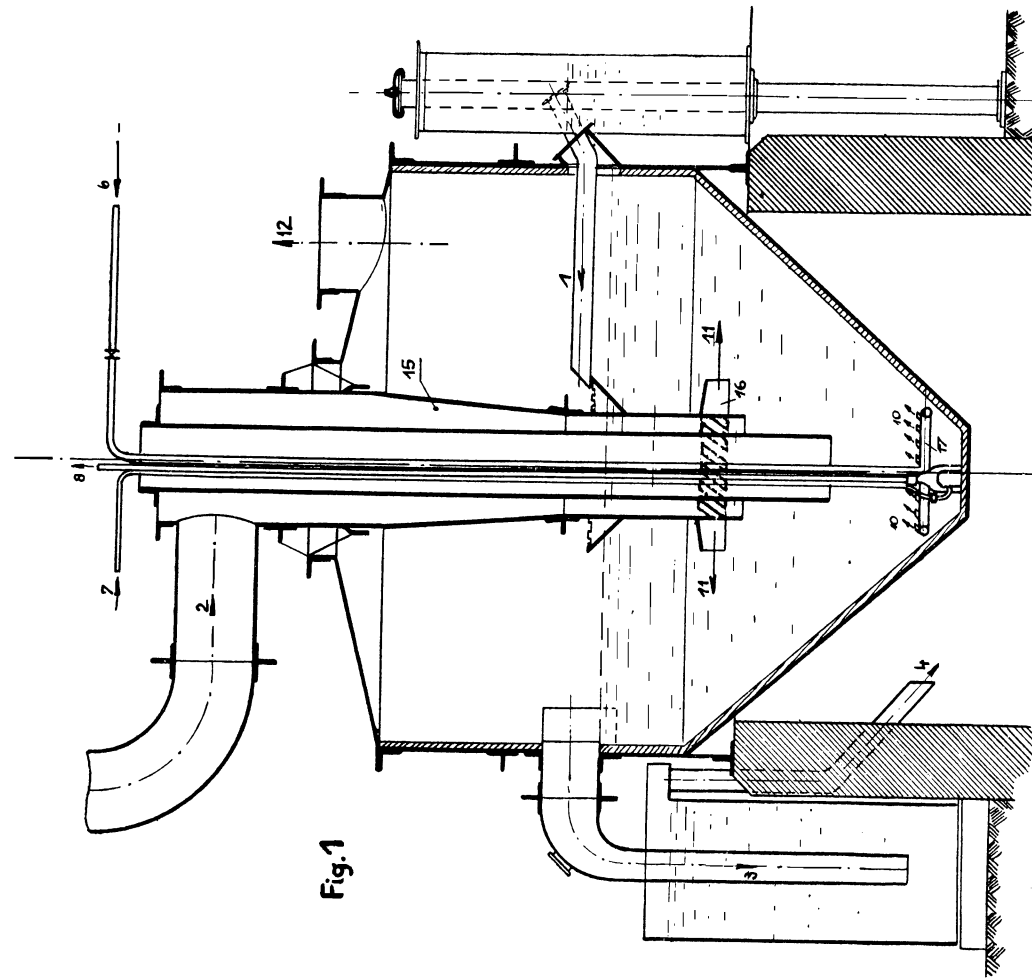
Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania siarczanu amonowego w postaci grubo krystalicznej z gazów, zawierających amoniak, w nasycalniku, do którego wprowadza się gaz, zawierający amoniak, przez jedną lub kilka rur zakończonych otworami, które powodują spokojne wejście gazu do kąpieli oraz dobre jego rozdzielenie w całej kąpieli, od dołu zaś wtłacza się powietrze, gaz lub parę w celu nadania cieczy ruchu obrotowego

w postaci wiru o kształcie stożka zwróconego wierzchołkiem w dół, znamieny tym, że do rur, służących do doprowadzenia gazu, wtłacza się pod ciśnieniem kwas siarkowy przez rury pionowe, zaopatrzone w dolnej części w otwórki lub w pierścienie ołowiane, ołowiane względnie pierścienie z innego materiału, odpornego na działanie kwasu siarkowego, zaopatrzony w otwórki.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tym, że przez przewody, służące do mieszania cieczy za pomocą powietrza, gazu lub pary, wprowadza się co pewien czas stężony kwas siarkowy, gorącą wodę lub parę.

Michał Chorąży.



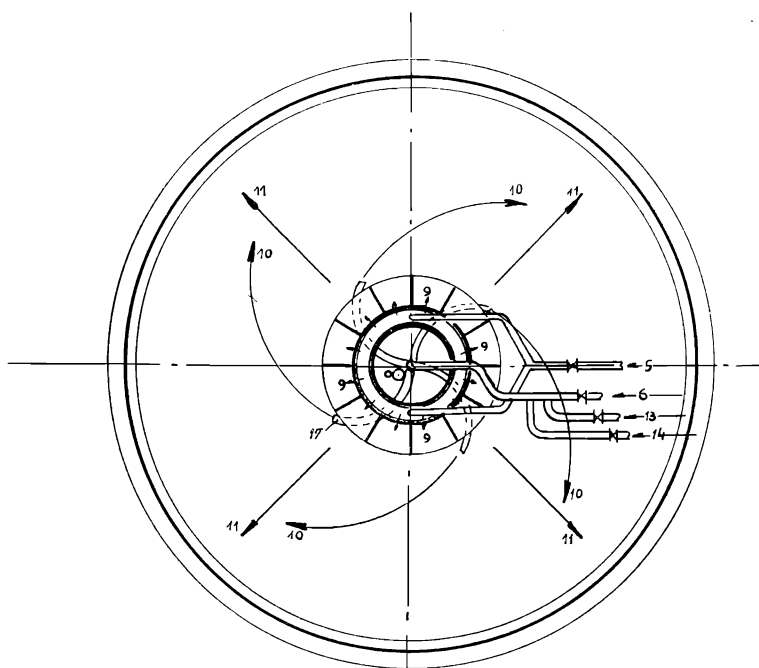


Fig. 3