

URZĄD PATENTOWY



6010 1/24

# RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

## OPIS PATENTOWY

Nr 20641.

Kl. 12 k, 7.

Naamlooze Vennootschap De Bataafsche Petroleum Maatschappij  
(Haga, Niderlandy).

12/2, 1/24

### Sposób otrzymywania siarczanu amonowego.

Zgłoszono 29 lipca 1933 r.

Udzielono 16 października 1934 r.

Pierwszeństwo: 16 sierpnia 1932 r. (Stany Zjednoczone Ameryki).

Od dłuższego już czasu wiadomo, że, traktując kwasem siarkowym ciecz węglowodorowe, np. ropę naftową, smołę węglową lub substancje pochodne, otrzymuje się masy papkowate, zawierające duże ilości kwasu siarkowego wolnego i związanego. Masy te są ogólnie znane jako mazi kwasowe.

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu otrzymywania z mazi kwasowych siarczanu amonowego o dużym stężeniu.

Według wynalazku maza kwasową miesza się z amonjakiem i oddziela olej wydzielony od cieczy otrzymanej, zawierającej roztwór wodny siarczanu amonowego. Ciecz odparowuje się, utrzymując ją najkorzystniej w stanie lekkiego zakwaszenia o

zawartości kwasu mniej niż 1%, np. między 0,2% i 0,0% kwasu, i doprowadzając ciecz zasadniczo do stanu nasycenia lub prawie nasycenia siarczanem amonowym.

Reakcję między kwasem i amonjakiem najlepiej jest przeprowadzać w obecności dużej ilości siarczanu amonowego. Stwierdzono również, że w celu jak najdokładniejszego oddzielenia oleju od roztworu siarczanu amonowego roztwór ten winien być zasadniczo nasycony siarczanem amonowym. Najlepszym warunkiem oddzielenia oleju jest stan całkowitego nasycenia roztworu siarczanem amonu, lecz warunek ten prowadzi do tworzenia się twardego osadu soli, wskutek czego, przy przeprowadzaniu procesu na dużą skalę, stężenie siar-

czanu amonowego z konieczności musi być utrzymywane nieco poniżej punktu nasycenia.

Stwierdzono, że temperatura i kwasowość roztworu posiada również duży wpływ na pomyślny przebieg procesu, wskutek czego, w celu dobrego oddzielenia oleju, temperaturę w naczyniu reakcyjnym należy utrzymywać poniżej 95°C, a kwasowość — poniżej 1% wolnego kwasu.

Przy użyciu, jako surowców, 25% wody amonjakalnej i mazi kwasowej, otrzymanej z destylatu, traktowanego pod ciśnieniem, można skutecznie szybko oddzielenie substancji olejowej i otrzymać siarczan amonowy o dużym stężeniu przez utrzymanie kwasowości w naczyniu reakcyjnym, dzięki zawartości wolnego kwasu, od 0,0 do 0,2%, i temperatury w granicach 80° i 90°C, a to przez dodanie zimnego nasyconego roztworu amonowego. Stężenie siarczanu amonowego w przykładzie powyższym wynosiło 47% w stosunku wagowym.

Ważną cechą sposobu według wynalazku jest zapobieganie krystalizacji soli tak długo, aż roztwór soli zostanie całkowicie pozbawiony substancji olejowej. Cechą dodatkową sposobu jest usuwanie oleju, który przechodzi do roztworu podczas okresu jego wyparowywania.

Rozumie się, że przy odpowiednim regulowaniu sposobu według wynalazku można zastosować zamiast wody amonjakalnej amonjak gazowy lub bezwodny.

Określenie „maz kwasowa” obejmuje wszelkie podobne materiały odpadowe, otrzymywane przez traktowanie kwasem siarkowym cieczy, zawierających węglowodory.

Rozumie się również, że sposób według wynalazku można w całości lub częściowo przeprowadzać pod ciśnieniem atmosferycznym lub niższym.

Sposób według wynalazku obejmuje zabiegi następujące: zubożnianie mazi kwasowej amonjakiem dokładnie do 0% wolne-

go kwasu siarkowego w obecności dużej ilości roztworu siarczanu amonowego nasyconego lub prawie nasyconego, przy utrzymaniu temperatury poniżej 95°C; oddzielanie i usuwanie substancji olejowej, otrzymanej podczas zubożniania; odparowywanie roztworu siarczanu amonowego i usuwanie substancji olejowej, wydzielonej dodatkowo z roztworu podczas wyparowywania.

Właściwie sposób według wynalazku obejmuje liczne inne zabiegi, jak to wynika z opisu rysunku, przedstawiającego schematycznie urządzenie do wykonywania sposobu według wynalazku. W opisie tym użyto tytułem przykładu, jako surowca, mazi kwasowej, otrzymanej w wyniku traktowania kwasem destylatu, odpędzanego przy rozłożeniu pod ciśnieniem oleju skalnego. Maz tę traktuje się wodą amonjakalną.

Maz kwasową doprowadza się stale ze zbiornika 1 do naczynia 2, w którym przeprowadza się zubożnianie, przewodem 3, regulowanym zaworem 4. Do naczynia 2 doprowadza się również wodę amonjakalną ze zbiornika 5 przewodem 6, regulowanym zaworem 7. Z naczyniem 2 jest również połączony trzeci przewód 8, regulowany zaworem 9, dzięki czemu do naczynia można doprowadzać odpowiednie ilości wody, ażeby zapobiec przesycaniu lub przegrzaniu.

Naczynie 2 jest zaopatrzone w mieszadła, odpowiednie do dokładnego zmieszania wody amonjakalnej z mazią kwasową, wskutek czego kwas tej mazi zostaje zubożniony amonjakiem i tworzy się siarczan amonowy. Reakcję reguluje się tak, aby ciecz w naczyniu zawsze zawierała mniej niż 1% wolnego kwasu. Część zawartości naczynia 2 stale odprowadza się do oddzielnika 10 przewodem 11, rozrządzanym zaworem 12. W oddzielniku 10 olej oddziela się od roztworu siarczanu amonowego i odprowadza przewodem 13 do zbiornika.

Roztwór siarczanu amonowego z częścią

rozproszonej w niej substancji olejowej jest stale odprowadzany z dna oddzielnika przewodem 14 do odpowiedniego filtra olejowego 15, który może zawierać piasek, glinę, węgiel drzewny, wełnę szklaną, żel krzemionkowy lub inny materiał odpowiadni, a to w celu usunięcia resztek tego oleju. Przy przejściu przez warstwę filtrującą, małe kuleczki oleju, utrzymujące się w roztworze siarczanu amonowego, usiłują się skupić i albo zostają zatrzymane materiałem filtracyjnym, albo przedostają się powoli wraz z roztworem siarczanu dalej, zostają oddzielone w drugim oddzielniku 16 i usunięte przewodem 31.

Filtrowanie może być z korzyścią poprzedzone lub zastąpione odwirowywaniem. Zamiast filtra do usuwania ostatnich śladów wolnego oleju można użyć odpowiedniego rozpuszczalnika organicznego, np. czterochlorku węgla. Nieco oleju pozostaje jednak w roztworze siarczanu amonowego w postaci rozpuszczonej.

Roztwór siarczanu amonu, po usunięciu wolnego oleju wydzielonego, przechodzi do parownika 17, w którym ulega on takiemu stężeniu, że następuje krystalizacja soli. W miarę postępowania krystalizacji z roztworu wydziela się również rzadka substancja olejowa. Ażeby procentowa zawartość tego oleju w parowniku nie była zbyt duża, część cieczy w parowniku jest stale odprowadzana przewodem 18 do oddzielnika 19. Substancja olejowa, pływająca po powierzchni cieczy, zostaje usunięta przewodem 20, a wodny roztwór powraca do parownika przewodem 21. Część cieczy w parowniku 17 wraz z kryształami, zawieszonymi w niej, jest stale odprowadzana przewodem 30 do filtra lub wirówki 22, w której z cieczy zostają wydzielone kryształy siarczanu amonowego, a ciecz przewodem 23 powraca do parownika 17.

Ponieważ reakcja, przebiegająca w naczyniu 2 między amonjakiem i kwasem, jest egzotermiczna, przeto w naczyniu tem

należy zapewnić chłodzenie w celu utrzymania temperatury na poziomie żądanym. W tym celu można umieścić bezpośrednio w tem naczyniu chłodnice (węzownice), chociaż lepiej jest oziębiać część roztworu siarczanu amonowego i doprowadzać go po oziębieniu zpowrotem do naczynia 2. Ten roztwór siarczanu amonowego można odprowadzić z przewodu 14 rurą 24 lub z parownika 17 przewodem 25 do chłodnicy 26, skąd po oziębieniu przechodzi on do naczynia 2 przewodem 27.

Niekiedy może być korzystne nawracanie roztworu soli do naczynia 2 jedynie z parownika, w celu przeszkodzenia zbieraniu się w parowniku zanieczyszczeń. Takie zanieczyszczenia zostają następnie oddzielone w oddzielniku 10 lub usunięte zapomocą filtra 15.

Ilości roztworu soli, które powracają z przewodu 14 i z parownika 17 do naczynia 2, są rozrządzane zaworami 28 i 29.

#### Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania siarczanu amonowego przez zubożnianie mazi kwasowej amonjakiem, znamieny tem, że ciecz wodną, otrzymaną przy zadaniu mazi kwasowej amonjakiem, utrzymuje się w stanie lekkiego zakwaszenia, najkorzystniej utrzymując zawartość wolnego kwasu poniżej 1%, np. poniżej 0,2%, i wydzielony olej oddziela się od cieczy wodnej, a następnie tę ciecz wyparowuje w celu jej stężenia.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że reakcję między mazią kwasową i amonjakiem przeprowadza się w obecności roztworu siarczanu amonu, całkowicie lub niezupełnie nasyconego.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamieny tem, że temperaturę mieszaniny reakcyjnej utrzymuje się poniżej 95°C np. 80 — 90°C.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamieny tem, że ciecz, powstała ze zmiesza-

nia mazi kwasowej i amonjaku, odprowadza się z naczynia reakcyjnego i oddziela ciekły olej od roztworu siarczanu amonowego, przyczem część roztworu siarczanu amonowego odparowuje się, przez co tworzą się kryształy soli, podczas gdy drugą część roztworu siarczanu amonowego, najkorzystniej po oziębieniu, nawraca się do naczynia reakcyjnego (2).

5. Sposób według zastrz. 1 — 4, znamieny tem, że roztwór siarczanu amonowego filtruje się, najkorzystniej po usunięciu zeń większej części oleju, uwolnione go przez zobojętnianie mazi, najlepiej przed poddawaniem tego roztworu odparowywaniu.

6. Sposób według zastrz. 1 — 5, znamieny tem, że maz kwasową zobojętnia się amonjakiem, usuwa się większą część ole-

ju, uwolnionego przez wspomniane zobojętnienie, poczem po skupieniu rozdzielonych cząsteczek oleju, pozostałych w powyższym roztworze siarczanu amonowego, znów oddziela się je od roztworu siarczanu amonowego, poddając roztwór siarczanu amonowego odparowywaniu.

7. Sposób według zastrz. 1 — 6, znamieny tem, że substancja olejowa, wydzielana z roztworu siarczanu amonowego podczas jego odparowywania, jest usuwana najkorzystniej sposobem ciągłym.

Naamloosce Vennootschap  
De Bataafsche Petroleum  
Maatschappij.

Zastępca: inż. J. Wyganowski,  
rzecznik patentowy.

