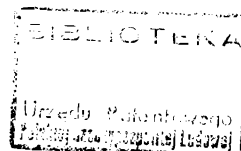


Warszawa, 17 marca 1934 r.

Colc 1/24

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 19503.

Kl. 12 k, 7.

12 k, 1/24

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

Sposób otrzymywania soli amonowych.

Zgłoszono 18 czerwca 1932 r.

Udzielono 20 grudnia 1933 r.

Pierwszeństwo: 8 lipca 1931 r. (Stany Zjednoczone Ameryki).

Wynalazek niniejszy dotyczy otrzymywania soli amonowych i wyróżnia się zwłaszcza regulowaniem reakcji chemicznej między amonjakiem a kwasem.

Zwykle w praktyce podczas otrzymywania siarczanu amonowego na skalę handlową amonjak gazowy przepuszcza się przez zbiornik, zawierający kwas siarkowy oraz siarczan amonu. Kryształy wytworzonego siarczanu amonowego usuwa się z kąpeli do odpowiednich aparatów oczyszczających. Dotychczasowe procesy nie pozwalają na dostateczne regulowanie reakcji w celu wytwarzania kryształów jednolitych.

Drugą wadą istniejących procesów nasykania jest konieczność częstej wymiany

aparatów, wskutek korozyjnego działania gorącego kwasu.

Obecnie okazało się, że reakcję między amonjakiem i kwasem można z powodzeniem wykonywać w próżni. Stosując próżnię w aparacie, zawierającym kąpiel kwasu siarkowego, w której zachodzi reakcja, można regulować temperaturę kąpeli i obniżyć ją aż do temperatury potrzebnej dla otrzymania kryształów o właściwych rozmiarach. Wykryto, że im niższa jest temperatura, w której może następować krystalizacja, tem większe otrzymuje się kryształy. Inną zaletą ekonomiczną wynalazku jest zmniejszenie korozji i zniszczenia aparatów. Można bowiem, stosując proces we-

dług wynalazku, obniżyć szybkość korozji do połowy, a nawet do jednej trzeciej szybkości zwykle obserwowanej.

Wykryto również, że jeśli mniejsze kryształki wprowadzić zpowrotem do kąpeli kwaśnej, to znacznie się zwiększa szybkość narastania kryształów.

Przedmiotem wynalazku jest także regulowanie reakcji amonjaku z kwasem siarkowym, żeby łatwiej i taniej otrzymywać kryształy żądanych wymiarów.

Przedmiotem wynalazku jest również zmniejszenie korozji aparatów.

Dalsze cele i zalety wynalazku wyjaśnione zostaną w dalszym szczegółowym opisie w związku z załączonym rysunkiem, wyobrażającym zespół aparatów do wykonywania sposobu według wynalazku.

Fig. 1 wyobraża widok aparatu.

Na fig. 1 liczbą 1 oznaczono zbiornik, utrzymywany pod próżnią działaniem pompy próżniowej 2. Zbiornik 1 przewodem 3 połączony jest ze skraplaczem 18. Do zbiornika wprowadza się amonjak przewodem 4 z szybkością regulowaną zaworem 5, poczem amonjak bełkoce poprzez ciecz, do której przewodem 6 zaopatrzonym w zawór 7 doprowadza się kwas siarkowy. Amonjak wpuszcza się do zbiornika zapomocą przedziurawionego pierścienia 8 lub podobnego środka rozdzielczego, połączonego z przewodem wpustowym 4 dla amonjaku. Pierścień rozdzielczy powinien być umieszczony znacznie pod powierzchnią kąpeli kwasowej, w przeciwnym razie bowiem amonjak ulatnia się, nie reagując z kwasem, skutkiem czego otrzymuje się znaczne straty amonjaku i odpowiednio do tego niskie wydajności siarczanu amonowego. Aby spowodować dokładne zetknięcie amonjaku z kwasem siarkowym oraz utrzymać możliwie jednostajną kwasowość w całej kąpeli, zastosowano mieszadło 9 na wale 10 wprowiane w ruch zapomocą kół stożkowych 11. To mieszadło najlepiej tak umieścić, żeby stale zabierało coraz to nowe porcje kąpie-

li z ponad środków rozprowadzających amonjak i kwas, a następnie podsuwało te porcje ku powierzchni kąpeli, gdzie dziela się niezwiązany amonjak i para wodna, dzięki ciepłu reakcji zobojętniania.

Stosując w zbiorniku próżnię, jak wskazano powyżej, obniża się tem samem odpowiednio temperaturę wrzenia kąpeli. Regulując stopień próżni, istniejący nad powierzchnią kąpeli można dokładnie regulować temperaturę kąpeli. Do aparatu należy dostarczać wody w celu wyrównania ilości pary odprowadzanej przewodem próżniowym 3. Woda w postaci pary przechodzi ze zbiornika przewodem próżniowym 3 do skraplacza 18. Kondensat można całkowicie albo częściowo odprowadzać zpowrotem do zbiornika przewodami 25 i 26, nastawiając odpowiednio zawory 20 i 21.

Zawracanie tego kondensatu do kąpeli może być korzystne, ponieważ pewna niewielka ilość amonjaku ulatnia się z parą odpływającą przewodem 3. Odpowiednia frakcja tego kondensatu, którą można zawracać do kąpeli zależy bezpośrednio od ilości wody wprowadzanej do procesu wraz ze świeżym kwasem siarkowym i amonjakiem. Jeśli kondensatu nie zawraca się do kąpeli lub jeśli nie korzysta się z wody obecnej w razie zastosowania słabego kwasu lub roztworu amonjakalnego, to wodę dostarcza się bezpośrednio do zbiornika z przewodu 19.

Kryształy siarczanu amonowego, wytworzone w zbiorniku wyładowuje się przewodem 12 zapomocą pompy 13 do osadnika 14.

Większe kryształy opadają na dno osadnika i usunięte zostają przewodem 15 do wirówki albo aparatu filtrowego. Ług macierzysty usunięty z tych kryształów w tym ostatnim aparacie zawraca się przewodem 16 do koryta 22, otaczającego górną część osadnika.

Utrzymując poziom materiału w osadniku na punkcie wysokim oraz odpowiednio

mieszając, można drobniejsze kryształy doprowadzić ku powierzchni i zmusić do przelania się do koryta 22. Te drobniejsze kryształy wraz z ługiem macierzystym odprowadza się następnie zpowrotem do zbiornika przewodem 17. Do tego przewodu włączony jest zbiornik 23 zaopatrzony w węzownicę grzejną 24. Używa się go w razie zastosowania wody amonjakalnej lub rozcieńczonego kwasu siarkowego. Przy użyciu wody amonjakalnej poniżej pewnego stężenia ciepło wywiązane podczas reakcji w kąpeli nie wystarcza do wyparowania całej ilości wody, dostarczanej do zbiornika. Do kąpeli można dostarczać ciepło dodatkowe, ogrzewając zapomocą węzownicy grzejnej 24 ciecz, powracającą z osadnika kryształów. Dzięki istnieniu próżni w zbiorniku 1 kąpiel wrze poniżej odpowiedniej temperatury wrzenia pod ciśnieniem atmosferycznym. Ciecz w zbiorniku 23 nie podlega działaniu próżni, a zatem można ją ogrzać do temperatury wrzenia roztworu pod ciśnieniem atmosferycznym. Dzięki temu do zbiornika 1 można doprowadzać znaczną ilość ciepła. Umożliwione zostaje więc nie tylko stosowanie wody amonjakalnej, lecz także odpadkowego kwasu siarkowego o słabem stężeniu. W obu tych przypadkach nadmiar wody wchodzący do zespołu urządzeń można odparować zapomocą ciepła, wprowadzanego jako ciepło wyczuwalne cieczy zawracającej z osadnika.

Oczywiście techniczne korzyści wynalazku osiąga się tem większe, im większa jest próżnia, ale nawet bardzo mały stopień próżni, t. j. zaledwie kilka centymetrów

słupka rtęciowego poniżej ciśnienia atmosferycznego, już będzie bardzo korzystny, lecz znacznie lepsze wyniki osiąga się w wysokiej próżni, np. przy ciśnieniu całkowitem wynoszącym 10 cm słupka rtęci, a nawet mniej. Poza tem zresztą każdorazowy stopień próżni, dający najodpowiedniejsze wyniki, zależy od czynników ekonomicznych i aparatury.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania soli amonowych, np. siarczanu amonowego, znamieny tem, że amonjak i kwas, np. siarkowy, wprowadza się do zbiornika, w którym wytwarza się próżnię.

2. Sposób według zastrz. 1, znamieny tem, że pary, porwane wskutek działania środków wytwarzających próżnię, odprowadza się, a kondensat częściowo lub całkowicie zawraca się do zbiornika.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, znamieny tem, że temperaturę zbiornika reguluje się zapomocą regulacji rozrzedzenia.

4. Sposób według zastrz. 1 do 3, znamieny tem, że do układu dostarcza się ciepło, ogrzewając i zawracając do zbiornika całą ilość albo część otrzymanego ługu pokrystalicznego.

Naamlooze Vennootschap
De Bataafsche Petroleum
Maatschappij.
Zastępca: M. Skrzypkowski,
rzecznik patentowy.

