

Warszawa, 18 października 1935 r.

URZĄD PATENTOWY



Co 1 c 1/24

2

RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ OPIS PATENTOWY

Nr 21992.

Kl. 12 k,

12k, 1/24

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

Sposób otrzymywania siarczanu amonowego.

Zgłoszono 15 czerwca 1934 r.

Udzielono 23 sierpnia 1935 r.

Pierwszeństwo: 24 czerwca 1933 r. (Stany Zjednoczone Ameryki).

Wynalazek niniejszy dotyczy sposobu otrzymywania siarczanu amonowego ze szlamu kwasowego, zawierającego dwutlenek siarki.

Gdy ciecze węglowodorowe, np. olej skalny, smołę pogazową lub pochodzące z nich substancje, traktuje się kwasem siarkowym, otrzymuje się mieszaniny, które zawierają znaczne ilości wolnego i związanego kwasu. Są one powszechnie znane jako szlam kwasowy. Oprócz kwasu siarkowego i ciał węglowodorowych szlam ten

często zawiera znaczne ilości dwutlenku siarki.

Wytwarzanie siarczanu amonowego ze szlamu kwasowego, zawierającego znaczną ilość dwutlenku siarki, jest niekorzystne, ponieważ siarczan amonowy podczas parowania lub suszenia, jakiemu poddaje się sól, rozkłada się, powodując znaczną stratę amonjaku; poza tem następuje przeżeranie aparatury, spowodowane obecnością dwutlenku siarki. Nadto, obecność siarczynu amonowego w siarczanie amonowym z

handlowego punktu widzenia może również być niepożądana.

Stwierdzono, że powyższe niedogodności można usunąć w następujący sposób. Szlam kwasowy przed wprowadzeniem do urządzenia reakcyjnego, w którym poddaje się go działaniu amonjaku, poddaje się traktowaniu, które ma na celu zmniejszenie ciśnienia cząstkowego dwutlenku siarki, zawartego w szlamie. Cząstkowe ciśnienie gazowego dwutlenku siarki, zawartego w szlamie, zmniejsza się przez doprowadzanie szlamu do ścisłego zetknięcia z dużą ilością powietrza albo przez poddawanie szlamu kwasowego ssącemu działaniu próżni i usuwanie dwutlenku siarki. Najwyższa temperatura, do jakiej podgrzewa się szlam, nie powinna przekraczać 70°C, chociaż temperatura, do jakiej można podgrzewać poszczególne gatunki szlamu, zależy od jego składu. Najwyższa temperatura, do której podczas traktowania podgrzewa się szlam, powinna być określona dokładnie, aby nie przyspieszać rozkładu. Wynikiem przegrzania jest bowiem rozkład, wytwarzający dodatkowe ilości dwutlenku siarki przypuszczalnie wskutek utlenienia zapomocą kwasu siarkowego ciał organicznych, zawartych w szlamie, co z kolei zmniejsza zawartość czynnego kwasu siarkowego. Poza tem, wskutek przegrzania zmniejsza się płynność masy, spowodowana tworzeniem się materiałów kleistych, oraz zwiększa się zdolność masy do pienienia się podczas następującej potem reakcji z amonjakiem.

Na rysunku uwidoczniono schematycznie urządzenie do wykonywania sposobu według wynalazku; fig. 1 przedstawia widok urządzenia do usuwania dwutlenku siarki przez nasycanie szlamu powietrzem, fig. 2 — widok urządzenia do mechanicznego zmniejszania cząstkowego ciśnienia dwutlenku siarki w szlamie kwasowym, a fig. 3 — urządzenie do wyrobu siarczanu amonowego.

W urządzeniu według fig. 1 szlam kwasowy ze zbiornika 2 prowadzi się rurą 1 zapomocą pompy 3 do zbiornika 6, w którym umieszczono szereg płyt 4, osadzonych na osi, obracanej zapomocą silnika 5, ustawionego na zbiorniku. Do wewnętrznej ścianki zbiornika 6 przymocowane są łopatki pierścieniowe 7, pochylone wdół w kierunku środka zbiornika 6. Powietrze jest wtłaczane do zbiornika 6 zapomocą dmuchawy 8 przez grzejnik 9 i przewód 10. Ogrzane powietrze, doprowadzane do dolnej części zbiornika 6, styka się ze szlamem kwasowym, rozpryskiwanym zapomocą obracających się płyt 4. Łopatki 7 służą do odrzucania błota kwasowego zpowrotem na obracające się płyty, w celu zwiększenia stopnia stykania się szlamu z powietrzem. Wskutek działania ciepłego powietrza na szlam kwasowy dwutlenek siarki, zawarty w szlamie, zostaje wydzielony i odprowadzony wraz z powietrzem przez komin 11. Potraktowany szlam odprowadza się rurą 12 do zbiornika 13.

W urządzeniu według fig. 2 szlam kwasowy ze zbiornika 14 zapomocą pompy 16 wtłacza się do górnej części zbiornika 17, w którym wytwarza się próżnię przy pomocy pompy 18, przyczem przed doprowadzeniem do zbiornika 17 szlam przechodzi przez grzejnik 15. Szlam po płytach 19 i pierścieniowych tarczach 20, umieszczonych w zbiorniku 17, spływa wdół, zwiększając swą powierzchnię, wystawioną na ssące działanie próżni, dzięki czemu dwutlenek siarki zostaje wydzielony ze szlamu. Szlam kwasowy gromadzi się na dnie zbiornika 17, z którego jest usuwany zapomocą pompy 21 i doprowadzany do zbiornika 22, a z niego — do układu reakcyjnego. Dwutlenek siarki wraz z innemi wydzielonemi parami jest usuwany rurą 23 zapomocą pompy próżniowej 18.

Zamiast zbiorników 6 i 17 można zastosować inne urządzenie, np. zbiornik lub zespół zbiorników, połączonych szeregowo,

przyczem każdy zbiornik zaopatruje się w miesadło i odpowiednie dysze do doprowadzania szlamu oraz w rury do usuwania odgazowanego szlamu i odprowadzania utworzonych gazów i par.

Przykład I. Szlam kwasowy, zawierający w stosunku wagowym 2,9% dwutlenku siarki oraz 41,5% kwasu siarkowego, doprowadzano do zbiornika 6, przedstawionego na fig. 1, z szybkością około 1,2 l na minutę. Przewodem 10 wpuszczano do zbiornika powietrze o temperaturze około 52°C z szybkością 4,2 m³ na minutę. Zawartość dwutlenku siarki w szlamie po jego przeróbce wynosiła 0,39% w stosunku wagowym.

Przykład II. 950 cm³ szlamu kwasowego, zawierającego 4,52% dwutlenku siarki w stosunku wagowym, wprowadzono w temperaturze 30°C do naczynia, zaopatrzonego w miesadło, poczem poddano je ssącemu działaniu próżni. Po 30 min ciśnienie w zbiorniku wynosiło 10 cm słupa rtęci, a zawartość dwutlenku siarki w szlamie kwasowym została zmniejszona do 0,39% w stosunku wagowym.

Zawartość SO₂ powinna być zwykle zmniejszona do blisko 2% zawartego w szlamie kwasu siarkowego, licząc w stosunku wagowym. Zawartość dwutlenku siarki, zmniejszona do wskazanej granicy, pozwala na otrzymywanie dobrego siarczanu amonowego. Na szlam kwasowy można działać amonjakiem w obecności dużego nadmiaru prawie nasyconego roztworu amonowego. Ciała reagujące wprowadza się do naczynia reakcyjnego w takim stosunku ilościowym, żeby otrzymany roztwór wykazywał kwasowość, powodowaną przez kwas siarkowy, jak również kwasowość, powodowaną obecnością kwasu siarkawego i kwasów organicznych. Dostatecznie wysoka temperatura reakcji uwolni w tych warunkach większą część dwutlenku siarki, pozostałego w szlamie kwasowym. Dwutlenek siarki, pozostały w utworzonym roztworze

siarczanu amonowego, jest usuwany w praktyce przez odparowywanie, w wyniku którego otrzymuje się stały siarczan amonowy.

Na fig. 3 rysunku przedstawiono schematycznie układ do ciągłego wyrobu siarczanu amonowego ze szlamu kwasowego przy użyciu zbiornika do nasysania szlamu powietrzem, w celu usuwania dwutlenku siarki. W urządzeniu tem szlam, nagromadzony w zbiorniku 2, włącza się przy pomocy pompy 3 do zbiornika 6, w którym zawartość dwutlenku siarki w szlamie zmniejsza się, przyczem dwutlenek siarki i parę wodną odprowadza się przewodem 31. W zbiorniku 6 szlam prowadzi się do zbiornika 13, z którego pompa 24 dostarcza go do aparatu reakcyjnego 25. Wodę amonjakalną do aparatu reakcyjnego doprowadza się ze zbiornika 26.

Amonjak reaguje ze szlamem kwasowym, tworząc ciecz, zawierającą kwaśny roztwór siarczanu amonowego i materiał oleisty, przyczem nieco dwutlenku siarki i pary wodnej usuwa się przewodem 32. Materiał oleisty można oddzielić od roztworu siarczanu amonowego przez mechaniczne oddzielenie lub odcignięcie do zbiornika 27, z którego usuwa się go przewodem 29. Roztwór siarczanu amonowego po usunięciu części oleistych doprowadza się do wyparnika 28, przyczem sól wykrystalizowaną usuwa się przewodem 33, a następnie suszy. Ług pokrystaliczny można doprowadzić zpowrotem do układu reakcyjnego przy odparowywaniu roztworu siarczanu amonowego w wyparniku 28; parę wodną oraz dwutlenek siarki, pozostały w roztworze siarczanu amonowego, odprowadza się przewodem 30.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób otrzymywania siarczanu amonowego ze szlamu kwasowego, zawierającego dwutlenek siarki, znamienny tem,

że szlam kwasowy poddaje się traktowaniu, mającemu na celu zmniejszenie ilości dwutlenku siarki, zawartego w szlamie, co najmniej do około 2% kwasu siarkowego, zawartego w szlamie, licząc w stosunku wagowym, poczem na otrzymany szlam działa się amonjakiem.

2. Sposób według zastrz. 1, znamien-ny tem, że szlam kwasowy nasycy się po-wietrzem.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, zna-mienny tem, że szlam kwasowy poddaje się ssącemu działaniu próżni.

Naamlooze Vennootschap
De Bataafsche Petroleum
Maatschappij.

Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.

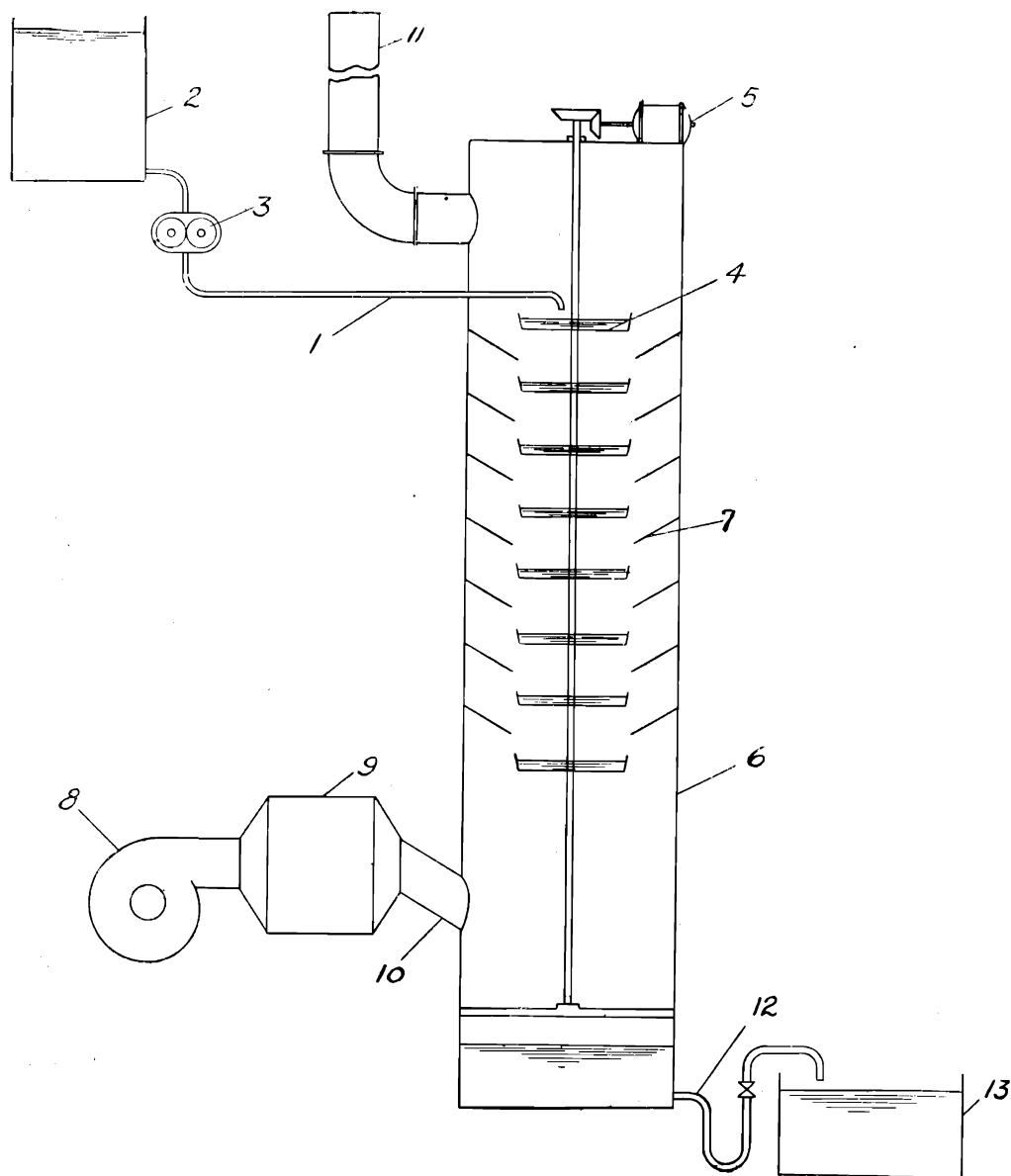


FIG. 1.

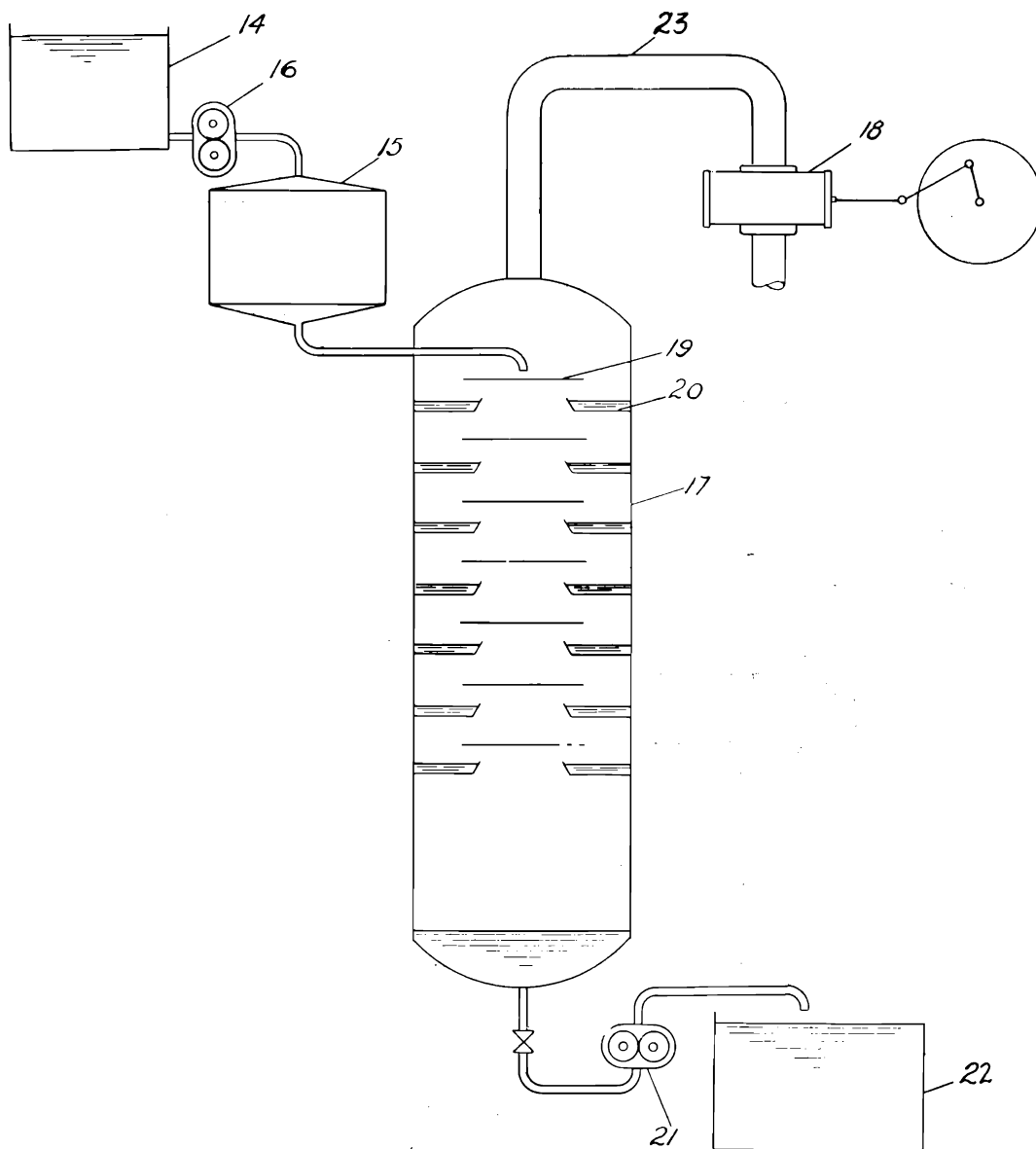
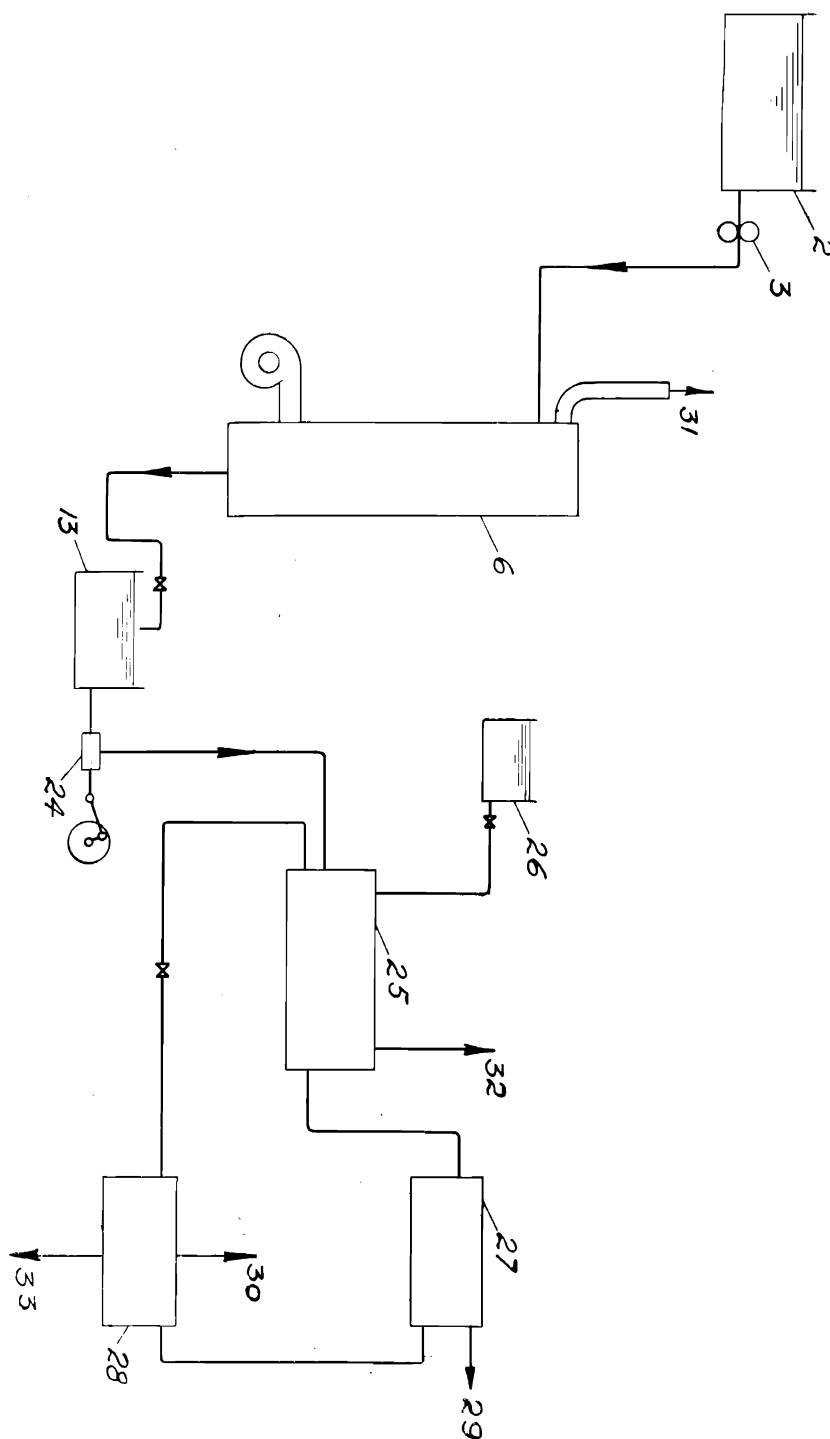


FIG. 2



F/6. 3.