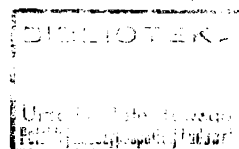


Warszawa, 21 sierpnia 1933 r.

URZĄD PATENTOWY



B01d 5/00²



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 18220.

Kl. 12 e, 3/01.

Nikodem Caro
(Berlin, Niemcy)
i Albert Rudolph Frank
(Berlin, Niemcy).

Sposób wydzielania par zapomocą skraplania.

Zgłoszono 22 listopada 1929 r.

Udzielono 30 marca 1933 r.

Aby z mieszanin gazowych przez oziębienie wydzielić jeden ze składników, postępowano naogół dotychczas w ten sposób, że całość ochładzano poniżej temperatury rosienia. Następowало przytem skroplenie i tworzenie się mgły w przestrzeni gazowej, co utrudniało oddzielenie składników ciekłych lub stałych. Prócz tego całą ilość gazu należy przytem tak bardzo oziębić, by wydzielający się składnik nie mógł już pozostać w postaci gazowej. Dotyczy to, np., bez ograniczeń wydzielania skroplin zapomocą kolumny, której temperatura wylotowa reguluje skład uchodzącej mieszaniny gazowej. Również

stosuje się to mniej więcej i wówczas, gdy zamiast kolumny, służącej do frakcjonowania skraplania, rektyfikacji, deflegmacji i t. d., używa się urządzenia chłodnicze ze zraszaniem lub chłodnice metalowe.

Sposób oddzielania według wynalazku powstał naskutek następujących doświadczeń.

Wiadomo, że zimne powierzchnie pokrywają się w pewnych warunkach skroplinami, powstałymi z przeciągających w bezpośrednim sąsiedztwie cząstek gazu, przy czem temperatura mieszaniny gazowej nawet w przybliżeniu nie obniża się do temperatury rosienia. Korzystając z takiego

przebiegu, można przy chłodzącej ścianie wywołać tak wielki spadek ciśnienia cząstkowego, że wydzielające się składniki osiadają na niej w postaci stałej lub ciekłej, podczas gdy mieszanina uchodzących z chłodnicy gazów jest nienasycona względem wydzielonych składników.

Skoro, np., przy ciśnieniu 1 atm z ogrzanej do 500°C mieszaniny powietrza z 11,2% objętościowymi pary wodnej o temperaturze rosienia 48°C należy usunąć $\frac{3}{4}$ zawartości wody, to temperatura wyłotowa mieszaniny gazowej ze zbiornika skroplin może wynosić powyżej 48°C, np. 80°C, gdy spadek ciśnienia cząstkowego wynosi początkowo, np., 0,2 atm/cm, a po oddzieleniu $\frac{3}{4}$ pary wodnej — odpowiednio mniej. Do tego celu w przytoczonym przykładzie można stosować rury glinowe o 10 mm prześwitu i długości 1 m, które się chłodzi przeciwprądowo wodą o temperaturze 2°. Taki zbiornik skroplin o współprądowym biegu strumienia gazu i skroplin wzdłuż powierzchni chłodzącej dostarcza w ciągu godziny na m³ powierzchni chłodzącej 8 litrów ciekłej wody, podczas gdy mieszanina uchodzących gazów o temperaturze rosienia 22,5°C ogrzana jest jeszcze do 80°C, a więc nie zbliża się nawet do początkowej temperatury rosienia 48°C.

Przy wyższej zawartości pary wodnej w doprowadzanej lub uchodzącej mieszaninie gazowej można ewentualnie zastosować, np., rury szersze lub stożkowe, albo dłuższe, bądź też płyty chłodzące. Przy niższej zawartości pary wodnej, np. przy niższej temperaturze ścian chłodzących i t. d., skropliny i woda chłodząca w poszczególnych przypadkach mogą poruszać się w kierunku strumienia gazu lub w przeciwną stronę albo też wpoprzek do niego, a powierzchnie chłodzące mogą być również utworzone z zimnych skroplin lub płynu chłodzącego. Wszystkie dane, dotyczące temperatury i warunków procesu, nadają się tedy w danej fazie oraz w następstwie

tylko do danego przykładu, a specjalne urządzenie wynika już z każdorazowych wymagań.

Zaletą omawianego sposobu pracy polega przede wszystkim na znacznym zmniejszeniu potrzebnej powierzchni chłodzącej; dalsza korzyść w wielu przypadkach polega na tem, że ściankom chłodzącym należy oddać mniejszą ilość ciepła. Takie urządzenia można stosować do oddzielania lub otrzymywania lotnych składników, do regeneracji rozpuszczalników, do frakcjonowania, rektyfikacji i do podobnych celów. Sposób ten posiada zasadnicze znaczenie dla przebiegu reakcji chemicznych lub zachowania równowagi chemicznej, gdyż procesami temi można decydująco kierować przez regulowanie temperatury. Na przykład, tym sposobem z gorących, zawierających wodę mieszanin tlenków azotu, powstających np. przy spalaniu amonjaku, można oddzielić, unikając silnego oziębiania całej mieszaniny gazowej, skropliny wolne od kwasu azotowego lub zawierające go bardzo mało w takim przypadku, gdy się to zupełnie nie udaje inną drogą.

Według niniejszej postaci wykonania stosuje się przytem minimum powierzchni chłodzącej. W tych przypadkach często jest szczególnie ważne, by utworzone skropliny już przy opuszczaniu powierzchni chłodzącej uchronić od dalszego wpływu strumienia gazu, by zapobiec ponownemu zmieszaniu z parą lub przeszkodzić niepożądanym procesom chemicznym albo podobnym. Można tego dokonać, np., w ten sposób, że strumień gazu, względnie częściowe strumienie, obraca się o 90° lub 180° albo też powoduje się ich wirowanie lub też 2 rury o stożkowych końcach albo o rozmaitej średnicy wsuwa się jedna w drugą w taki sposób, że strumień gazu płynie w węższej rurze prosto, nie tracąc ciągu, podczas gdy skropliny płyną tak samo dalej po ścianie szerszej rury. Można to również dobrze

wykonać w ten sposób, by skropliny spływały wpoprzek do strumienia gazu albo gaz przepływał nazewnątrz chłodzących zeber. Gdzie to się okaże korzystnem, rozdział ten można spowodować przy pomocy urządzeń mechanicznych.

Oddzielanie wodnych skroplin z tlenków azotu ogrzanych do 200° można przeprowadzać w chłodnicy metalowej bardzo korzystnie według przewodniej myśli wynalazku. Tę temperaturę posiadają tlenki azotu, powstałe przez spalanie amonjaku, po wykorzystaniu ich zawartości cieplnej w kotle parowym. Urządzenie do spalania amonjaku, kocioł parowy i chłodnicę pracującą omawianym sposobem łączy się bezpośrednio kolejno. Przy 5 m² powierzchni chłodzącej na tonnę spalonego amonjaku można oddzielić $\frac{3}{4}$ wody reakcyjnej z mieszaniny gazowej zawierającej 9% objętościowych tlenków azotu o tak małej zawartości kwasu azotowego, iż można nią zasilać końcową absorbcję tlenków azotu, podczas gdy same tlenki azotu bez strat stężenia przechodzą ochłodzone do miejsca produkcji w urządzeniu absorbcyjnem. W tym przypadku zaoszczędza się $\frac{1}{2}$ — $\frac{2}{3}$ kwasoodpornej powierzchni chłodzącej chłodnicy do gazu lub też o wiele więcej w chłodnicy do kwasu, o ile niema chłodnicy do gazu. Przy równej przestrzeni skraplania można otrzymywać kwas o wyższej procentowości, względnie przestrzeń skraplania może być mniejsza lub też można usunąć albo zmniejszyć ewentualną absorbcję alkaliczną. Udaje się to również i wtedy, gdy mieszanina gazowa zawiera tlen lub parę wodną, co umożliwia prowadzenie procesu nowym i przedtem nieznanym sposobem.

Jeżeli się włączy bezpośrednio kolejno urządzenie do spalania amonjaku i rozdzielacz skroplin, pracujący według opisanego sposobu, to nawet przy 30% objętościowych tlenu w mieszaninie oddziela się połowę wody reakcyjnej o zawartości

mniej niż 1 gr $\frac{N}{1}$ kwasu azotowego przy 5 m² powierzchni chłodzącej na tonnę NH₃ dziennie. Jednocześnie chłodzi się, np. do 70° lub 80°C. Przy zwykłem chłodzeniu poniżej temperatury rosienia prawie nasyconego uchodzącego gazu można uzyskać tę samą sprawność, stosując co najmniej trójkrotnie większą powierzchnię chłodzącą, przyczem nie otrzymuje się pożądaných skroplin o małej zawartości kwasu azotowego lecz rozwodniony kwas azotowy, którego nie można użyć ani do końcowej absorbcji, ani jako kwas gotowy.

Jeśli się pracuje mieszaninami bogatemi w tlen i wysokoprocetowymi gazami, to zastosowanie omawianego sposobu powoduje znaczny wzrost uzyskiwanego stężenia kwasu przy jednoczesnem zaoszczędzeniu powierzchni chłodzącej. Stosuje się to zwłaszcza do tych wszystkich sposobów, gdzie świeży gaz zawiera parę wodną. Jeśli się pracuje gazami o zawartości 20% objętościowych amonjaku i powietrzem o zawartości około 60% objętościowych tlenu, jak to podaje patent 8742, to przy jednoczesnem zastosowaniu omawianego tu sposobu, całkowitą produkcję można otrzymać w postaci kwasu o mocy 40°Bé z ogólną wydajnością, ponad 95%. Jeżeli się pracuje czystym tlenem, wówczas można otrzymać gazowy lub płynny czterotlenek lub też mieszaninę dwutlenku azotu i rozwodnionego kwasu azotowego, który następnie można przerobić na wysokoprocetowy kwas azotowy, bez potrzeby stosowania skraplania dawnego rodzaju ze zraszanemi wieżami, pompami, przewodami podnośniczymi i wentylatorami. Mieszaninę gazową, przerobioną według wynalazku, można w celu dalszych przemian doprowadzać znów do procesu.

Przykład: Jeżeli się spala mieszaninę z 1 objętości NH₃ i 1,5 do 2,5 objętości nie-rozcieńczonego tlenu sposobem podanym w patencie 8742, to zapomocą sposobu we-

dług wynalazku większą część wody ze spalania oraz pary wodnej, dodanej do świeżego gazu i odparowanej z warstwy cieczy udaje się skroplić, przed przyrządzeniem mieszaniny gazowej na bardzo stężony kwas azotowy lub płynny czterotlenek azotu i oddzielić je z małą zawartością azotu, podczas gdy mieszanina gazowa opuszcza chłodnicę z temperaturami powyżej 100°C, np. 110°C lub 190°C. W tym wypadku temperatura uchodzącej mieszaniny gazów leży tedy powyżej temperatury wrzenia oddzielanego składnika. Bez zastosowania niniejszego sposobu nie możnaby było z tak bardzo stężonych mieszanin tlenku azotu zawierających tlen otrzymać skropliny ubogie w azot.

Inny przykład zastosowania sposobu stanowi oddzielenie wody, soli amonowych, kwasu pruskiego z zawierających amoniak mieszanin gazowych, otrzymywanych zwłaszcza przy syntezie kwasu pruskiego z amonjaku i tlenku węgla lub przy otrzymywaniu cyjanamidu dowolnym sposobem; mieszaninę gazową potraktowaną według wynalezionego sposobu, można celem nowej przemiany zpowrotem poddać temuż procesowi.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wydzielania par zapomocą skraplania z mieszanin gazów lub par, np. mieszanin powstałych przez ochładzanie

zawierających wodę skroplin mieszanin tlenków azotu, otrzymanych ze spalania amonjaku lub kwasu pruskiego, znamienny tem, że stosuje się tak silny spadek ciśnienia cząstkowego na powierzchniach chłodzących ścianek chłodnicy, iż uchodząca z chłodnicy mieszanina gazów jest nienasycona względem wydzielonych składników, przyczem wydzielone skropliny chroni się natychmiast przed dalszem zetknięciem się z mieszaniną gazów lub par.

2. Sposób według zastrz. 1, znamienny tem, że temperatura mieszaniny gazów uchodzących z chłodnicy leży powyżej temperatury wrzenia oddzielanych składników.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, znamienny tem, że w zawierających wodę mieszaninach tlenków azotu, powstałych ze spalania amonjaku lub kwasu pruskiego, stosuje się bezpośrednio za kontaktami lub bezpośrednio za kotłem parowym do wydzielania wody, włączonym za kontaktami, tak silny spadek ciśnienia cząstkowego na powierzchniach chłodzących ścianek chłodnicy, iż uchodząca z chłodnicy mieszanina jest w stosunku do pary wodnej nienasycona.

Nikodem Caro.
Albert Rudolph Frank.
Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.