

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES  
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum  
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum  
27. Mai 2010 (27.05.2010)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer  
**WO 2010/057597 A2**

- (51) **Internationale Patentklassifikation:**  
*C01C 1/02* (2006.01)      *C01C 1/12* (2006.01)  
*C01C 1/10* (2006.01)      *B01D 19/00* (2006.01)
- (21) **Internationales Aktenzeichen:** PCT/EP2009/008113
- (22) **Internationales Anmeldedatum:**  
13. November 2009 (13.11.2009)
- (25) **Einreichungssprache:** Deutsch
- (26) **Veröffentlichungssprache:** Deutsch
- (30) **Angaben zur Priorität:**  
10 2008 058 143.7  
20. November 2008 (20.11.2008) DE
- (71) **Anmelder** (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): **LURGI GMBH** [DE/DE]; Lurgiallee 5, 60439 Frankfurt am Main (DE).
- (72) **Erfinder; und**
- (75) **Erfinder/Anmelder** (nur für US): **UNGAR, Gert** [DE/DE]; Grosser Hasenpfad 117, 60598 Frankfurt (DE).  
**LINICUS, Matthias** [DE/DE]; Waldallee 201, 65817 Eppstein (DE).
- (74) **Anwalt:** **KEIL & SCHAAFHAUSEN**; Cronstettenstrasse 66, 60322 Frankfurt am Main (DE).
- (81) **Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare nationale Schutzrechtsart): AE, AG, AL, AM, AO, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BH, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CL, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DO, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, GT, HN, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KM, KN, KP, KR, KZ, LA, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LY, MA, MD, ME, MG, MK, MN, MW, MX, MY, MZ, NA, NG, NI, NO, NZ, OM, PE, PG, PH, PL, PT, RO, RS, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SM, ST, SV, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, ZA, ZM, ZW.
- (84) **Bestimmungsstaaten** (soweit nicht anders angegeben, für jede verfügbare regionale Schutzrechtsart): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), eurasisches (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, LV, MC, MK, MT, NL, NO, PL, PT, RO, SE, SI, SK, SM, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).
- Veröffentlicht:**  
— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts (Regel 48 Absatz 2 Buchstabe g)

(54) **Title:** METHOD AND PLANT FOR OBTAINING NH<sub>3</sub> FROM A MIXTURE COMPRISING NH<sub>3</sub> AND ACIDIC GASES

(54) **Bezeichnung :** VERFAHREN UND ANLAGE ZUR GEWINNUNG VON NH<sub>3</sub> AUS EINEM NH<sub>3</sub> UND SAUERGASE ENTHALTENDEN GEMISCH

(57) **Abstract:** The invention relates to a method and plant for obtaining ammonia from an acidic gas mixture comprising ammonia, H<sub>2</sub>S and/or CO<sub>2</sub> and low boiling water soluble organic components. In order to avoid an enrichment of volatile organic compounds in the acidic gas absorber, a partial stream of the liquid phase from an acidic gas absorber is extracted and worked up such that gaseous ammonia with a reduced content of volatile organic compounds is obtained which is recycled to the acidic gas absorber.

(57) **Zusammenfassung:** Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Anlage zur Gewinnung von Ammoniak aus einem Ammoniak, H<sub>2</sub>S und/oder CO<sub>2</sub>-haltiges Sauer gas und leicht siedende wasserlösliche organische Komponenten aufweisenden Gemisch. Um eine Anreicherung von flüchtigen organischen Verbindungen im Sauer gasabsorber zu vermeiden, wird ein Teilstrom der Flüssigphase aus einem Sauer gasabsorber abgezogen und derart aufgearbeitet, dass man gasförmiges Ammoniak mit einem reduzierten Gehalt an flüchtigen organischen Komponenten erhält, das in den Sauer gasabsorber zurückgeführt wird.

WO 2010/057597 A2

## VERFAHREN UND ANLAGE ZUR GEWINNUNG VON NH<sub>3</sub> AUS EINEM NH<sub>3</sub> UND SAUERGASE ENTHALTENDEN GEMISCH

5

### Technisches Gebiet

Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren und eine Anlage zur Gewinnung von NH<sub>3</sub> aus einem NH<sub>3</sub>, H<sub>2</sub>S- und/oder CO<sub>2</sub>-haltiges Sauergas und leicht siedende wasserlösliche organische Komponenten aufweisenden Gemisch, insbesondere Abwasser.

10

Die Abtrennung von NH<sub>3</sub> aus einem derartigen Gemisch ist bekannt und basiert darauf, dass NH<sub>3</sub> mit den Sauergasen CO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>S in wässrigen Lösungen Azeotrope bildet. Die Azeotrope sind umso ärmer an Sauergasen, je höher die Temperatur und je niedriger die NH<sub>3</sub>-Konzentration in der Flüssigkeit ist. Dadurch kann man in einem Entsäurer, der bei hoher Sumpftemperatur arbeitet, als Kopfprodukt ein NH<sub>3</sub>-freies Sauergas erhalten, während man im Sumpf eine wässrige Lösung erhält, die das gesamte NH<sub>3</sub> und nur einen geringen Teil der Sauergase aus dem Zulauf enthält. In einem NH<sub>3</sub>-Abtreiber, der mit einer niedrigeren Sumpftemperatur und in der Regel mit einer höheren NH<sub>3</sub>-Konzentration arbeitet, erhält man ein Sumpfprodukt, das die gesamten Sauergase enthält, die aus dem Entsäurersumpf stammen. Hierfür benötigt man einen relativ geringen NH<sub>3</sub>-Überschuss. Das Kopfprodukt besteht aus NH<sub>3</sub>, welches noch Sauergase in geringer Konzentration enthält. In einem Sauergasabsorber werden aus dem sauergashaltigen NH<sub>3</sub> die Sauergase in wässrigem NH<sub>3</sub> absorbiert. In einem Totalabtreiber werden aus einer wässrigen Lösung von NH<sub>3</sub>, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S und zahlreichen weiteren flüchtigen sowie nicht flüchtigen Komponenten (je nach Herkunft des Einsatzes) alle flüchtigen Komponenten abgetrieben, so dass man als Sumpfprodukt ein Abwasser erhält, das frei von flüchtigen Komponenten ist.

30

- 2 -

Üblicherweise wird das NH<sub>3</sub>-haltige Gemisch dem Sumpf des Sauergasabsorbers zugegeben. Auf den Kopf der Kolonne wird wässriges NH<sub>3</sub> oder reines Wasser gegeben, welches in einem gekühlten Absorptionskreislauf NH<sub>3</sub> absorbiert, wodurch sich wässriges NH<sub>3</sub> bildet, in welchem die Sauergase absorbiert werden. Das Sumpfprodukt wird dem NH<sub>3</sub>-Abtreiber zugeführt, dessen Kopf-  
5      dämpfe, die noch etwas CO<sub>2</sub> enthalten, in den Sauergas-Absorber geführt werden. Das Sumpfprodukt des NH<sub>3</sub>-Abtreibers wird dem Entsäurer zugeführt. Auf den Kopf des Entsäurers wird reines Wasser zugegeben, das auch aus dem Sumpf des Totalabtreibers stammen kann, um NH<sub>3</sub> aus dem Sauergas vollständig zu absorbieren. Das Sumpfprodukt des Entsäurers wird dem Totalabtreiber  
10     zugeführt, dessen Kopfprodukt wird in den Sumpf des Sauergas-Absorbers geführt. Das Sumpfprodukt ist NH<sub>3</sub> und CO<sub>2</sub>-freies Abwasser.

Aus der DE 25 27 985 ist eine Variante dieses Verfahrens bekannt, bei der der  
15     flüssige Einsatz dem Entsäurer zugegeben wird. Ein Teil wird vorgewärmt und unten zugegeben, während ein Teil weiter oben zugegeben wird, um Wasserdampf zu kondensieren und den größten Teil des NH<sub>3</sub> zu absorbieren.

Bei dem in der EP 0 212 690 B1 offenbarten Verfahren wird der Hauptteil des  
20     flüssigen Einsatzes dem Totalabtreiber vorgewärmt zugegeben, während der Rest kalt dem Entsäurer zugeführt wird. Das Kopfprodukt des Totalabtreibers wird weitgehend kondensiert und dann dem NH<sub>3</sub>-Abtreiber weiter unten als der Sumpf des Sauergas-Absorbers zugegeben. Dieses Verfahren ist dann besonders günstig, wenn die Sauergaskonzentration in Einsatz niedrig ist.

25

Das Verfahren nach der EP 0 654 443 A1 fasst Entsäurer und Totalabtreiber in einer Kolonne zusammen. In der Mitte der Kolonne werden entsäuerte Dämpfe abgezogen und bei gleichem Druck weitgehend kondensiert. Die nicht kondensierten Dämpfe werden weiter oben in den Entsäurer zurückgeführt. Die Flüss-

- 3 -

sigkeit wird in den  $\text{NH}_3$ -Abtreiber geführt, der mit dem Sauergas-Absorber zu einer Kolonne zusammengefasst ist.

Das Verfahren nach der EP 1 135 331 B1 unterscheidet sich von dem eingangs  
5 beschriebenen Verfahren dadurch, dass die Kopfdämpfe des Totalabtreibers kondensiert werden, wobei die Flüssigkeit in den  $\text{NH}_3$ -Abtreiber geführt wird.

Bei den oben genannten Verfahren können sich flüchtige wasserlösliche organi-  
sche Komponenten insbesondere im Sauergas-Absorber so weit anreichern,  
10 dass die Verfahren nicht mehr funktionieren.

### **Beschreibung der Erfindung**

Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es daher, ein Verfahren und eine Anlage  
15 zur Gewinnung von  $\text{NH}_3$  zur Verfügung zu stellen, bei dem eine starke Anreicherung organischer Komponenten vermieden wird.

Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, dass ein Teilstrom der  
Flüssigphase aus dem Sauergas-Absorber abgezogen und derart aufgearbeitet  
20 wird, dass man gasförmiges  $\text{NH}_3$  mit einem reduzierten Gehalt an flüchtigen organischen Komponenten erhält, das in den Sauergas-Absorber zurückgeführt wird.

Es hat sich überraschenderweise gezeigt, dass der Gehalt an flüchtigen wasser-  
löslichen organischen Komponenten in der Flüssigphase des Sauergas-  
25 Absorbers über das erfindungsgemäße Verfahren derart begrenzt werden können, dass diese den reibungslosen Ablauf nicht stören.

Die durch die Aufarbeitung des abgezogenen Teilstroms des Sauergas-  
30 Absorbers anfallenden Fraktionen, die die entfernten flüchtigen organischen

Komponenten der aus dem Sauergas-Absorber abgezogenen Flüssigphase enthalten, können aus dem Prozess ausgeschleust und der Entsorgung zugeführt werden.

- 5 Insbesondere eignet sich das Verfahren, wenn die leicht siedenden wasserlöslichen organischen Komponenten Alkohole, Ketone, Nitrile und/oder Pyridinbasen enthalten.

10 Nach einer bevorzugten Ausführungsform der Erfindung wird der aus dem Sauergas-Absorber abgezogene Teilstrom einer ersten Strippkolonne zugeführt, in der alle flüchtigen Komponenten weitgehend abgetrieben werden. Das Kopfprodukt der Strippkolonne wird teilkondensiert und die verbleibenden Dämpfe werden in den Sauergas-Absorber zurückgeführt. Dies hat den Vorteil, dass ein Großteil der ursprünglich vorhandenen wasserlöslichen flüchtigen organischen  
15 Verbindungen in der kondensierten Fraktion verbleibt, wohingegen die rückgeführten Dämpfe einen geringeren Gehalt an flüchtigen organischen Verbindungen aufweisen.

20 Um die Gesamtausbeute des Prozesses zu verbessern, wird das erhaltene Teilkondensat bevorzugt einer weiteren Strippkolonne zugeführt, in der  $\text{NH}_3$  und Sauergase so weit abgetrieben werden, dass die organischen Komponenten im Sumpf aufkonzentriert werden. Das Kopfprodukt der zweiten Strippkolonne, dessen Anteil an flüchtigen organischen Verbindungen entsprechend weiter verringert ist, wird in den Sauergas-Absorber zurückgeführt.

25 Es hat sich gezeigt, dass die Abtrennung von flüchtigen organischen Verbindungen über eine oder mehrere Strippkolonnen besonders effektiv ist, wenn die Strippkolonne(n) jeweils bei einem Druck von 2 bis 20 bar betrieben werden. Bevorzugt wird der Druck auf 4 bis 16 bar, besonders bevorzugt auf etwa  
30 6,5 bar eingestellt.

Das Sumpfprodukt der zweiten Strippkolonne kann in einer weiteren Ausführungsform auf den Druck des Sauergas-Absorbers entspannt und mit dem Sumpfprodukt einer Kolonne vermischt werden, in welcher das NH<sub>3</sub>, beispielsweise durch Destillation, gereinigt wird. Entspannungsdämpfe werden in diesem Fall dem Sauergas-Absorber zugeführt.

Es kann vorkommen, dass sich schwerer siedende wasserlösliche organische Komponenten im oberen Teil des NH<sub>3</sub>-Abtreibers stärker anreichern als im Sauergas-Absorber. In diesem Fall kann auch aus dem Oberteil des NH<sub>3</sub>-Abtreibers ein flüssiger oder dampfförmiger Teilstrom abgezogen werden, der wie oben beschrieben aufgearbeitet wird.

Das letztlich am Kopf des Sauergas-Absorbers weitgehend von Sauergas befreite NH<sub>3</sub> wird vorzugsweise weiteren Reinigungsstufen zugeführt und/oder verflüssigt.

In Weiterbildung des Erfindungsgedankens wird das zum Sauergas-Absorber geleitete wässrige NH<sub>3</sub>, das als Absorptionsmittel dient, aufgeteilt. Dabei wird ein Teil des wässrigen NH<sub>3</sub> auf den Kopf des Sauergas-Absorbers aufgegeben und ein Teil des wässrigen NH<sub>3</sub> wird dem untersten Absorptionskreislauf des Sauergas-Absorbers zugeführt. Überraschenderweise hat sich gezeigt, dass dadurch die Gesamtkonzentration der flüchtigen organischen Komponenten in der Flüssigphase des Sauergas-Absorbers zusätzlich vermindert werden kann.

25

Des Weiteren betrifft die vorliegende Erfindung eine Anlage zur Gewinnung von NH<sub>3</sub>, welche insbesondere zur Durchführung des zuvor beschriebenen Verfahrens geeignet ist.

Erfindungsgemäß weist die Anlage einen mit wässrigem  $\text{NH}_3$  betriebenen Sauergas-Absorber auf, wobei dem Sauergas-Absorber eine erste Strippkolonne nachgeschaltet ist, der ein Teilstrom der Flüssigphase aus dem Sauergas-Absorber zugeführt wird, und wobei der Kopf der ersten Strippkolonne mit dem  
5 Sauergas-Absorber verbunden ist.

Zur Erhöhung der Gesamtausbeute weist die erfindungsgemäße Anlage nach einer bevorzugten Ausführungsform eine weitere Strippkolonne auf, der das Teilkondensat der ersten Strippkolonne zugeführt wird und in der  $\text{NH}_3$  und Sauergase weiter abgetrieben werden, wobei der Kopf der weiteren Strippkolonne mit dem Sauergas-Absorber verbunden ist.  
10

Das aus dem Sauergas-Absorber abgezogene  $\text{NH}_3$  wird in einem Verflüssiger verflüssigt, wobei nach einem weiteren Erfindungsmerkmal der Verflüssiger über Rückführleitungen mit dem Kopf des Sauergas-Absorbers verbunden ist.  
15

Darüber hinaus ist eine Verbindung des Verflüssigers über Rückleitungen mit dem untersten Absorptionskreislauf des Sauergas-Absorbers vorgesehen.

20 Eine erfinderische Ausgestaltung der Anlage besteht darin, dass die  $\text{NH}_3$ -Abtriebskolonne über eine Leitung mit der ersten Strippkolonne verbunden ist, um einen flüssigen oder dampfförmigen Teilstrom aus der  $\text{NH}_3$ -Abtriebskolonne auf die erste Strippkolonne leiten zu können.

25 Weitere Merkmale, Vorteile und Anwendungsmöglichkeiten der Erfindung ergeben sich auch aus der nachfolgenden Beschreibung von Ausführungsbeispielen und der Zeichnung. Dabei bilden alle beschriebenen und/oder bildlich dargestellten Merkmale für sich oder in beliebiger Kombination den Gegenstand der Erfindung, unabhängig von ihrer Zusammenfassung in den Ansprüchen oder  
30 deren Rückbeziehung.

### Kurzbeschreibung der Zeichnung

Fig. 1 zeigt ein Verfahrensfliessbild einer Anlage zur Gewinnung von  $\text{NH}_3$  aus einem  $\text{NH}_3$  und Sauerstoffe enthaltenden Gemisch gemäß eines bevorzugten Ausführungsbeispiels der vorliegenden Erfindung.

### Detaillierte Beschreibung einer bevorzugten Ausführungsform

Ein zu behandelndes Abwasser, bei dem es sich üblicherweise um ein Kondensat aus der Entgasung oder Vergasung von Kohle handelt, wird in der Leitung 1 herangeführt. In einer Kolonne 2 wird das Abwasser mit Stripppgas aus der Leitung 3 behandelt, weiteres Stripppgas kommt aus den Leitungen 58 und 4. Das beladene Stripppgas verlässt die Kolonne 2 über Leitung 5 und wird einer nicht dargestellten Aufarbeitung zugeführt.

15

Das in der Leitung 6 aus der Kolonne 2 kommende Wasser enthält nun noch vor allem  $\text{NH}_3$ ,  $\text{CO}_2$  und  $\text{H}_2\text{S}$  sowie weitere Gase in geringerer Konzentration. Das Abwasser wird zum größten Teil durch die Leitung 7 einer Totalabtriebskolonne 8 aufgegeben, in welcher alle abtreibbaren Gase aus dem Abwasser entfernt werden. Die Totalabtriebskolonne 8, deren Böden zur Vereinfachung nicht dargestellt sind, weist im Sumpf einen an sich bekannten Aufkocher 9 auf, der für den nötigen Auftrieb der Gase sorgt. Behandeltes Abwasser strömt über Leitung 10 ab. Ein kleiner Teil des behandelten Abwassers wird auf den Kopf der Entsäuerungskolonne 52 geleitet, während der Rest über Leitung 74 die Anlage verlässt. Die in der Totalabtriebskolonne 8 abgetriebenen Gase gelangen durch den gasdurchlässigen Boden 11 nach oben in den Teilkondensator 12, in welchem sie mit umlaufendem gekühltem Kondensat berieselt werden, um vor allem Wasserdampf zu kondensieren. Das Kondensat strömt über Leitung 13 unter der Wirkung einer nicht dargestellten Pumpe durch einen äußeren Kühler 14 und gelangt in der Leitung 15 zurück in den Teilkondensator 12. Überschüs-

30

siges Kondensat wird durch den Überlauf 16 der Totalabtriebskolonne 8 zugeführt.

Das Kopfprodukt der Totalabtriebskolonne 8 verlässt den Teilkondensator 12 in der Leitung 17 und tritt in einen weiteren Kondensator 18 ein, in dem eine intensive Kühlung erfolgt, so dass sich eine Flüssigphase ausbildet. Der Kondensator 18 besitzt einen Flüssigkeitsumlauf durch die Leitungen 19, 20 und 21, wobei ein externer Kühler 22 die Temperatur niedrig hält. Die Flüssigphase des Kondensators 18 nimmt keine Inertgase, wie  $N_2$ ,  $H_2$ ,  $CO$  und  $CH_4$  auf. Diese ziehen in der Leitung 4 ab und dienen in der Kolonne 2 als zusätzliche Strippgase.

Ein Teilstrom der Flüssigphase aus der Leitung 19 wird über Leitung 23 abgezogen und einer  $NH_3$ -Abtriebskolonne 24, in deren Sumpf ein Aufkocher 25 angeordnet ist, aufgegeben. Die  $NH_3$ -Abtriebskolonne hat z.B. zehn bis dreißig Böden, wobei man die Flüssigphase aus der Leitung 23 etwa auf einen mittleren Boden zuführt. Das Kopfprodukt der  $NH_3$ -Abtriebskolonne 24, ein  $NH_3$ -reiches Gas, das Reste von Sauer gasen enthält, wird in der Leitung 26 zunächst dem Sauer gas-Absorber 27 in der ersten Waschstufe 28 zugeführt. Diese ist mit einem Absorptionskreislauf mit den Leitungen 29, 30 und 31 mit externem Kühler 32 ausgestattet. Ein Teilstrom des Absorbats gelangt aus dem Sumpf des Sauer gas-Absorbers 27 durch die Leitung 33 als Rückfluss auf den Kopf der  $NH_3$ -Abtriebskolonne 24. Über der Waschstufe 28 des Sauer gas-Absorbers 27 befinden sich eine zweite Waschstufe 34 und eine dritte Waschstufe 35, zwischen denen ein Boden 36 angeordnet ist, der nach oben Gas und nach unten Flüssigkeit durchlässt. Die dritte Waschstufe 35 ist mit einem Absorptionskreislauf mit den Leitungen 37, 38 und 39 sowie dem externen Kühler 40 ausgestattet. Aus der dritten Waschstufe 35 gelangt praktisch reines  $NH_3$  über Leitung 41 zu der  $NH_3$ -Verflüssigung 42. Über Leitung 43 werden flüssiges  $NH_3$  und über Leitung 44 organische Komponenten aus der  $NH_3$ -Verflüssigung 42 ausgeleitet. Als Absorptionsmittel wird der  $NH_3$ -Verflüssigung 42 sauberes Wasser über

Leitung 45 zugeführt. Als Absorptionsflüssigkeit des Sauergas-Absorbers 27 dient wässriges  $\text{NH}_3$  aus der  $\text{NH}_3$ -Verflüssigung 42, das über Leitung 46 abgeführt und zu einem Teil über Leitung 47 in die Leitung 37 eingespeist und der Waschstufe 35 zugeführt wird und zum andern Teil über die Leitung 48 in die  
5 Leitung 30 des Absorptionskreislaufs der Waschstufe 28 eingespeist wird.

Das aus dem Sumpf der  $\text{NH}_3$ -Abtriebskolonne 24 abgezogene Wasser fließt in Leitung 49 unter der Einwirkung einer nicht dargestellten Pumpe zunächst zu einem Wärmetauscher 50 und tritt durch die Leitung 51 in die Entsäuerungskolonne 52 ein, in der mit Hilfe des Aufkochers 53 ein an  $\text{NH}_3$ ,  $\text{CO}_2$  und  $\text{H}_2\text{S}$  reiches Gasgemisch abgetrieben wird. Das über Leitung 6 aus dem Sumpf der Kolonne 2 abgezogene Wasser strömt nach dem Durchlauf durch den Wärmetauscher 55 über Leitungen 54 und 56 zur Entsäuerungskolonne 52. Weiter  
10 oben wird über Leitung 57 aus der Totalabtriebskolonne 8 abgeführtes gekühltes Wasser in die Entsäuerungskolonne eingespeist. Mit dem gekühlten Wasser wird das Gasgemisch gewaschen bevor es über die Leitung 58 zur Weiterverarbeitung als Stripppgas zur Kolonne 2 geführt wird. In der Entsäuerungskolonne 52 fällt als Sumpfprodukt entsäuertes Wasser an, das  $\text{NH}_3$  und geringere Mengen an  $\text{CO}_2$  und  $\text{H}_2\text{S}$  enthält. Dieses Sumpfprodukt wird in der Leitung 59 abgezogen und gibt zunächst einen Teil seiner Wärme im Wärmetauscher 50 ab und  
15 gelangt dann über die Leitungen 60 und 61 teilweise in die Totalabtriebskolonne 8. Ein durch das Ventil 62 einstellbarer Teilstrom wird in der Leitung 63 abgeführt und der Flüssigphase, die in den Leitungen 19, 20 aus der Kondensatorkolonne 18 abströmt, zugemischt.  
20

25 Ein Teil der Flüssigphase des Sauergas-Absorbers 27 wird über die Leitung 64 einer ersten Stripppkolonne 65 zugeführt, in der  $\text{NH}_3$ , Sauergase sowie flüchtige organische Komponenten weitgehend abgetrieben werden. Das Sumpfprodukt der ersten Stripppkolonne 65 wird über die Leitung 66 auf einen unteren Boden der Totalabtriebskolonne 8 geführt. Das Kopfprodukt der ersten Stripppkolonne  
30

65 wird über die Leitung 67 einem Kondensator 68 zugeführt und auf eine mit Kühlwasser erzielbare Temperatur abgekühlt. Der größte Teil des Wassers und der organischen Komponenten wird kondensiert sowie ein Teil des  $\text{NH}_3$  und der Sauergerase absorbiert.

5

Die Dämpfe werden über die Leitung 69 in den Sauergerase-Absorber 27 zurückgeführt und die Flüssigkeitsphase über die Leitung 70 einer zweiten Stripperkolonne 71 aufgegeben, in der  $\text{NH}_3$  und Sauergerase so weit abgetrieben werden, dass die organischen Komponenten im Sumpf aufkonzentriert werden und nur zu einem geringen Teil die Stripperkolonne 71 mit dem Kopfprodukt verlassen. Das Kopfprodukt wird über Leitung 72 zurück in den Sauergerase-Absorber 27 geführt.

10

Bei einer besonderen Ausführungsform wird ein Teil des über die Leitung 46 entnommenen rückgeführten, wässrigen  $\text{NH}_3$  abgezweigt und nicht über die Leitungen 47 und 39 dem Kopf des Sauergerase-Absorbers 27, sondern über die Leitungen 48, 30 und 31 und über den externen Kühler 32 dem unteren Absorptionskreislauf des Sauergerase-Absorbers 27 zugeführt. Während, wie bei der bevorzugten Ausführungsform beschrieben, durch die Zuführung des wässrigen  $\text{NH}_3$  als Absorptionsmittel ausschließlich auf den Kopf des Sauergerase-Absorbers 27 Gesamtkonzentrationen der organischen Komponenten in der Flüssigphase des Sauergerase-Absorbers 27 von 17,5 Gew.-% erreicht werden, lässt sich die Konzentration bei Einleitung eines Teilstroms in den unteren Absorptionskreislauf des Sauergerase-Absorbers 27 auf 9,5 Gew.-% reduzieren.

15

20

25

Das Sumpfprodukt der zweiten Stripperkolonne 71 kann über die Leitung 73 einer weiteren Entsorgung oder, nachdem es zuvor mit dem gekühlten Sumpfprodukt einer Kolonne vermischt wird, in der das  $\text{NH}_3$ , beispielsweise durch Destillation gereinigt wird, auf den Druck des Sauergerase-Absorbers 27 entspannt werden. Der Entspannungsdampf wird dann auch dem Sauergerase-Absorber 27 zugeführt.

30

**Beispiel:**

In einer der Zeichnung entsprechenden Verfahrensführung wurden für die verschiedenen Leitungen die in Tabelle 1 angegebenen Gehalte an NH<sub>3</sub>, CO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, H<sub>2</sub>O und organischen Verbindungen ermittelt:

Tabelle 1

Leitung	H <sub>2</sub> O [kmol/h]	NH <sub>3</sub> [kmol/h]	H <sub>2</sub> S [kmol/h]	CO <sub>2</sub> [kmol/h]	org. Verb. [kmol/h]	Temp. [°C]	Druck [bar]
1	193448,9	932,7	26,1	856,6	50,2	43	6
3	23,8	0,0	8,1	304,2	0,0	47	2
5	90,7	0,1	30,9	1159,9	0,8	46	2
6	193373,7	953,8	231,2	184,8	51,2	110	2
23	11092,4	4245,4	696,2	203,0	201,0	60	3
26	61,1	1336,8	24,5	0,1	106,1	62	3
33	832,6	469,9	23,1	0,1	59,3	50	3
74	194450,8	2,1	0,0	0,0	0,4	63	19
43	0,0	809,2	0,0	0,0	0,0	43	18
49	11864,0	3378,5	694,8	203,0	154,2	84	3
57	9088,6	44,8	10,9	8,7	2,4	40	16
58	3,4	0,0	227,3	184,6	0,0	45	14
59	21970,5	3423,3	478,6	27,0	166,6	154	14
63	8832,1	1376,2	192,4	10,8	63	93	11
64	337,6	171,2	1,6	0,0	20,9	51	7
66	313,4	0,0	0,0	0,0	0,0	163	7
67	24,2	171,2	1,6	0,0	20,9	100	6
69	0,2	118,8	0,0	0,0	7,0	36	3
70	24,0	52,4	1,5	0,0	13,9	50	6
72	0,2	39,8	0,1	0,0	0,5	40	3
73	23,8	12,7	1,4	0,0	13,4	90	6
44	23,3	48,4	0,0	0,0	34,2	95	17
47	576,1	210,3	0,0	0,0	8,7	70	17
48	562,9	205,5	0,0	0,0	8,5	70	17
45	1132,4	0,0	0,0	0,0	0,0	40	5

**Bezugszeichen**

	2	Abstreifgaskolonie
5	8	Totalabtriebskolonie
	9	Aufkocher
	11	gasdurchlässiger Boden
	12	Teilkondensator
	14	Kühler
10	16	Überlauf
	18	Kondensator-Kolonie
	22	Kühler
	24	NH <sub>3</sub> -Abtriebskolonie
	28	Waschstufe
15	32	Kühler
	27	Sauergas-Absorber
	35	Waschstufe
	36	Überlauf
	40	Kühler
20	42	NH <sub>3</sub> -Verflüssiger
	50	Wärmetauscher
	52	Entsäuerungskolonie
	53	Aufkocher
	65	erste Strippkolonie
25	68	Kondensator
	71	zweite Strippkolonie

Die übrigen Bezugszeichen betreffen Leitungen.

**Patentansprüche:**

1. Verfahren zur Gewinnung von  $\text{NH}_3$  aus einem Gemisch aus  $\text{NH}_3$ ,  $\text{H}_2\text{S}$ - und/oder  $\text{CO}_2$ -haltigem Sauergas und leicht siedenden wasserlöslichen organischen Komponenten, bei welchem das Sauergas in einem Sauergas-Absorber mit wässrigem  $\text{NH}_3$  absorbiert und am Kopf des Sauergas-Absorbers weitgehend von Sauergas befreites  $\text{NH}_3$  entnommen wird, **dadurch gekennzeichnet**, dass ein Teilstrom der Flüssigphase aus dem Sauergas-Absorber abgezogen und derart aufgearbeitet wird, dass man gasförmiges  $\text{NH}_3$  mit einem reduzierten Gehalt an flüchtigen organischen Komponenten erhält, das in den Sauergas-Absorber zurückgeführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, dass der aus dem Sauergas-Absorber abgezogene Teilstrom einer ersten Strippkolonne zugeführt wird, in der die flüchtigen Komponenten weitgehend abgetrieben werden, das Kopfprodukt der Strippkolonne teilkondensiert wird und die verbleibenden Dämpfe in den Sauergas-Absorber zurückgeführt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 2, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Teilkondensat der ersten Strippkolonne einer weiteren Strippkolonne zugeführt wird, in der  $\text{NH}_3$  und Sauergase soweit abgetrieben werden, dass die organischen Komponenten im Sumpf aufkonzentriert werden, und dass das Kopfprodukt der weiteren Strippkolonne in die Sauergas-Absorber zurückgeführt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 2 oder 3, **dadurch gekennzeichnet**, dass die Strippkolonne(n) bei einem Druck von 2 bis 20 bar[a], vorzugsweise 4 bis 16 bar[a] betrieben wird/werden.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 2 bis 4, **dadurch gekennzeichnet**, dass das Sumpfprodukt der weiteren Strippkolonne auf den Druck des

Sauergas-Absorbers entspannt wird, mit dem Sumpfprodukt einer Kolonne vermischt wird, in welcher das  $\text{NH}_3$ , beispielsweise durch Destillation, gereinigt wird, und die Entspannungsämpfe dem Sauergas-Absorber zugeführt werden.

5 6. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass das zum Sauergas-Absorber geleitete wässrige  $\text{NH}_3$  aufgeteilt wird, und dass ein Teil des wässrigen  $\text{NH}_3$  auf den Kopf des Sauergas-Absorbers aufgegeben wird und ein Teil des wässrigen  $\text{NH}_3$  dem untersten Absorptionskreislauf des Sauergas-Absorbers zugeführt wird.

10

7. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, dass aus der  $\text{NH}_3$ -Abtriebskolonne (24) ein flüssiger oder dampfförmiger Teilstrom abgezogen und der ersten Stripppkolonne (65) zugeführt wird.

15

8. Anlage zur Gewinnung von  $\text{NH}_3$ , insbesondere nach einem Verfahren gemäß einem der vorhergehenden Ansprüche, welche einen mit wässrigem  $\text{NH}_3$  betriebenen Sauergas-Absorber (27) aufweist, **dadurch gekennzeichnet**, dass dem Sauergas-Absorber (27) eine erste Stripppkolonne (65) nachgeschaltet ist, der ein Teilstrom der Dampfphase aus dem Sauergas-Absorber zugeführt wird, und dass der Kopf der ersten Stripppkolonne mit dem Sauergasabsorber verbunden ist.

20

9. Anlage nach Anspruch 8, **gekennzeichnet durch** eine weitere Stripppkolonne (71), der Teilkondensat der ersten Stripppkolonne (65) zugeführt wird und in der  $\text{NH}_3$  und Sauergase weiter abgetrieben werden, wobei der Kopf der weiteren Stripppkolonne mit dem Sauergas-Absorber (27) verbunden ist.

25

10. Anlage nach Anspruch 8 oder 9, wobei das aus dem Sauergas-Absorber (27) abgezogene  $\text{NH}_3$  in einem Verflüssiger (42) verflüssigt wird, **dadurch ge-**

30

– 15 –

**kennzeichnet**, dass der Verflüssiger (42) über Rückführleitungen (47, 39) mit dem Kopf des Sauer gas-Absorbers (27) verbunden ist.

- 5 11. Anlage nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet**, dass der Verflüssiger (42) über Rückführleitungen (48, 30 mit dem untersten Absorptionskreislauf des Sauer gas-Absorbers (27) verbunden ist.

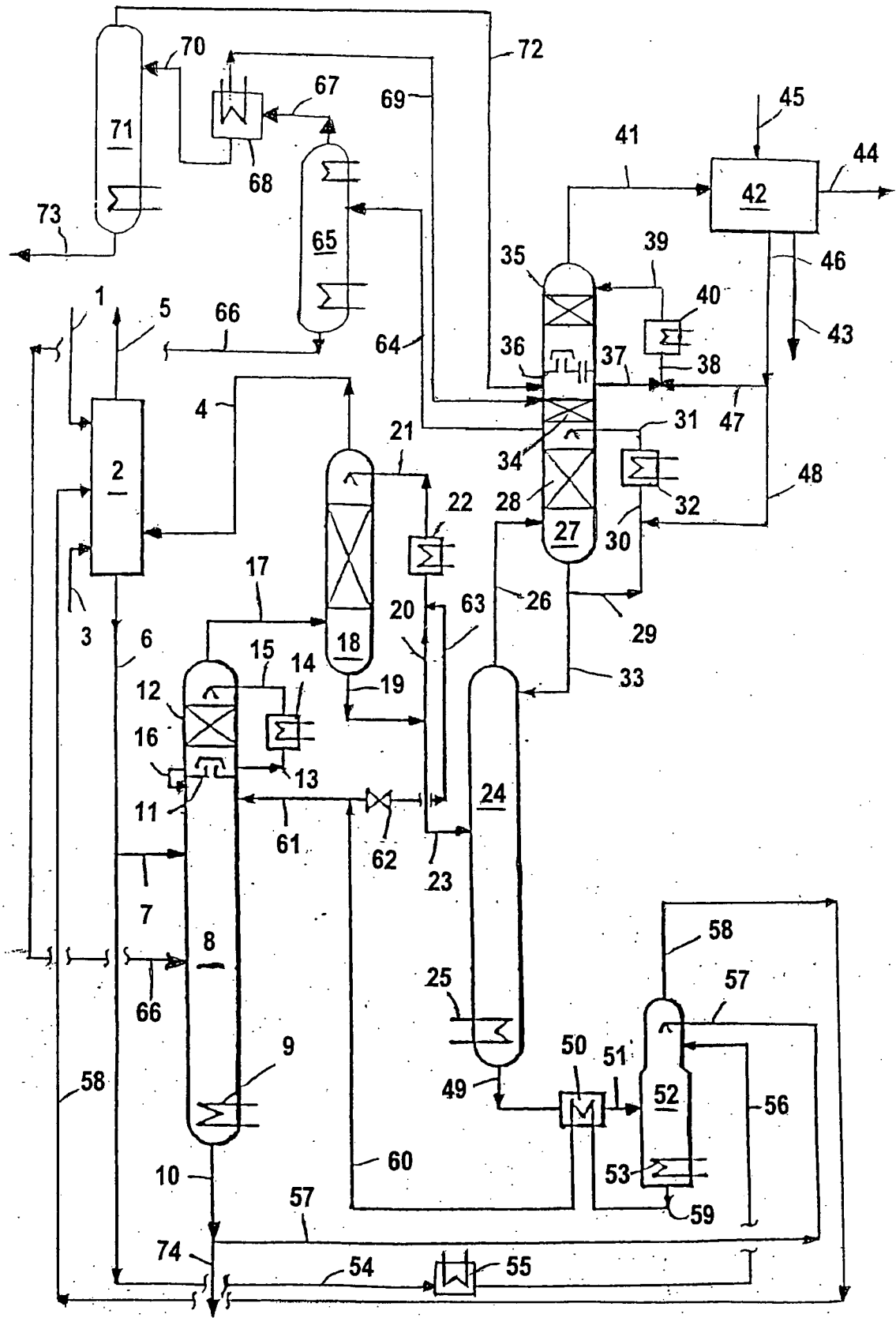


FIG. 1