

TITLE PAGE

3. Verfahren zur Reinigung von Gasen.
Method for the purification of gases.

Frame Nos. 57 - 64

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

3

Unser Zeichen: O.Z.12784. Ne/P.

Ludwigshafen a. Rh., den 21. Mai 1941.

057

Verfahren zur Reinigung von Gasen.

Zusatz zu Patent (Patentanm. I.60 304 IVb/26d).

Im Patent (Patentanmeldung I 60 304 IVb/26d) ist ein Verfahren zur Reinigung von Gasen, die neben Schwefelwasserstoff auch Kohlensäure und gegebenenfalls Ammoniak enthalten, durch Auswaschen mit Wasser in Gegenwart ausreichender Mengen Ammoniak bei gewöhnlicher Temperatur geschützt, wobei dieses Auswaschen in einer ersten Stufe während einer so kurzen Berührungszeit zwischen Gas und Waschflüssigkeit erfolgt, dass praktisch keine Kohlensäure durch die Flüssigkeit aufgenommen wird, worauf das Gas in einer zweiten Waschstufe ebenfalls bei gewöhnlicher Temperatur durch Waschen mit Wasser oder Gaswasser in an sich bekannter Weise von Ammoniak befreit wird.

Im Patent (Patentanmeldung I 60 465 IVb/26d) ist weiterhin gezeigt, dass man bei diesem Verfahren für die Anwesenheit genügender Mengen Ammoniak in der ersten Gaswaschstufe dadurch sorgen kann, dass man dieser Stufe freies Ammoniak aus anderer Quelle als aus den bei der Gasreinigung anfallenden Flüssigkeiten oder aber ein Gemisch von Ammoniak und Kohlensäure, das auch noch Schwefelwasserstoff enthalten kann, zuführt, oder dass man, wenn das zu reinigende Gas genügend Ammoniak enthält, auf eine Zuführung von Ammoniak zur ersten Waschstufe überhaupt verzichten kann. Weiterhin wurde dort gezeigt, dass

man in der zweiten Waschstufe das Ammoniak aus dem Gas auch mit Hilfe von Säuren oder wässrigen Lösungen saurer Stoffe entfernen kann.

Im Patent (Patentanmeldung I 61 637 IVb/26d) wurde gezeigt, dass man in der zweiten Stufe das noch im Gas verbleibende Ammoniak durch schwer flüchtige, schwache anorganische oder organische Säuren entfernen kann, deren Ammoniumsalze in wässriger Lösung in der Hitze gespalten werden. Dabei kann man in der Weise arbeiten, dass man die in der ersten Stufe gebildete Flüssigkeit oder die aus ihr beim Erhitzen entweichenden Dämpfe mit den schwer flüchtigen schwachen Säuren behandelt und dadurch in schwache gasförmige Säuren einerseits und Ammoniak andererseits zerlegt und die schwer flüchtigen Säuren sowohl für diese Zerlegung als auch für die Auswaschung des Gases in der zweiten Stufe benutzt.

Im Patent (Patentanmeldung I 62 246 IVb/26d) ist endlich gezeigt, dass es bei der geschilderten Arbeitsweise vorteilhaft ist, das zur vollständigen Auswaschung des Schwefelwasserstoffs benötigte Ammoniak in flüssiger, gasförmiger oder gelöster Form an verschiedenen Stellen in die Waschvorrichtung einzuführen, bevor das Gas von dem Schwefelwasserstoff befreit ist.

Bei der praktischen Durchführung dieser Arbeitsweisen verfährt man in der Regel derart, dass man sowohl die erste als auch die zweite Gaswaschstufe mit Wasser oder Gaswasser oder wässrigen Flüssigkeiten ähnlicher Zusammensetzung durchführt, die hierbei gewonnenen wässrigen Lösungen erhitzt, sodass Ammoniak, Schwefelwasserstoff und Kohlensäure daraus entweichen, und diese Dämpfe nun mit Hilfe von schwach organischen Säuren, die Ammoniak in der Kälte zu binden ver-

mögen und von ihm durch Erhitzen wieder befreit werden können, in Schwefelwasserstoff und bzw. oder Kohlensäure einerseits, Ammoniak andererseits zerlegt. Ein Teil des so gewonnenen Ammoniaks wird dann erforderlichenfalls in die erste Gaswaschstufe zurückgeführt, um dort für das Vorhandensein der notwendigen Ammoniakmenge zu sorgen. Wenn man hierbei die in der ersten Stufe nicht benötigte Menge Ammoniak in Form einer konzentrierten Lösung von Schwefelammonium und bzw. oder Ammoniumcarbonaten gewinnen will, muss man die zuvor abgetrennten, schwachen gasförmigen Säuren, nämlich Schwefelwasserstoff und bzw. oder Kohlensäure einerseits und das Ammoniak andererseits wieder zusammenführen und zu einer wässrigen Lösung verdichten.

Es wurde nun gefunden, dass man bei der geschilderten Arbeitsweise konzentrierte Lösungen von Schwefelammonium und bzw. oder Ammoniumcarbonaten wesentlich einfacher gewinnen kann, wenn man die wässrigen, einerseits Ammoniak, andererseits Schwefelwasserstoff und bzw. oder Kohlensäure enthaltenden Waschflüssigkeiten erhitzt und die hierbei entweichenden Dämpfe zum Teil durch physikalische oder chemische Trennung, insbesondere durch fraktionierte Kondensation oder durch Behandlung mit schwach sauren organischen Stoffen in Ammoniak einerseits, schwache gasförmige Säuren andererseits zerlegt, während die restlichen, bei der Erhitzung der Waschflüssigkeiten gebildeten Dämpfe, gegebenenfalls nach Zusatz der bei der Zerlegung des anderen Teiles gewonnenen schwachen gasförmigen Säuren, unmittelbar zu einer konzentrierten wässrigen Lösung von Schwefelammonium und bzw. oder Ammoniumcarbonaten kondensiert werden.

Hierbei wird nur eine so grosse Menge der Dämpfe in Ammoniak einerseits und schwache gasförmige Säuren andererseits zerlegt, wie Ammoniak in der ersten Waschstufe über die im Gas ohnehin enthaltene Menge hinaus benötigt wird. Die Anlage für die genannte Zerlegung kann also entsprechend kleiner sein als bei der bisher üblichen Arbeitsweise, da sie nicht mehr diejenigen Mengen Ammoniak und schwacher gasförmiger Säuren zu zerlegen braucht, die ohnehin zu konzentrierten Lösungen der Ammonsalze der schwachen gasförmigen Säuren kondensiert werden sollen. Entsprechend ist auch der Energieverbrauch für die genannte Zerlegung geringer.

Darüber hinaus hat die Arbeitsweise noch den Vorteil, dass gleichzeitig auch die vom Ammoniak abgetrennten schwachen gasförmigen Säuren durch das verbleibende Ammoniak mitgebunden werden können, obwohl im Vergleich zu der Menge der schwachen gasförmigen Säuren die in der Anlage entbehrliche Menge Ammoniak, d.h. die Menge Ammoniak, die nicht wieder zur Gasreinigung zurückgeführt werden muss, in der Regel kleiner ist als dem stöchiometrischen Verhältnis zu den schwachen gasförmigen Säuren entspricht.

Beispiel.

(vgl. die anliegende Zeichnung).

Stündlich werden 5000 cbm Kokereigas, das neben 1,2% Cyanwasserstoff im cbm 6 g Ammoniak, 10 g Schwefelwasserstoff und 50 g Kohlensäure enthält, im Kühler 1 auf etwa 20° gekühlt. Dabei werden stündlich 1,7 cbm Gaswasser gebildet, das sich im Behälter 2 sammelt. Das gekühlte Gas gelangt durch einen mit Glockenböden ausgestatteten Wäscher 3, der von oben durch die Leitung 4 mit stündlich 1,5 cbm Wasser und durch die Leitung 5 mit stündlich etwa 3,5 cbm eines Gas-

wassers berieselt wird, das in der unten beschriebenen Weise gewonnen wird. Der Glockenbodenwäscher ist so bemessen, dass das Gas weniger als eine Sekunde mit der Waschflüssigkeit in Berührung bleibt. Die aus dem Wäscher 3 abfließende Flüssigkeit sammelt sich im Behälter 6. Das Gas gelangt nunmehr mit einem Gehalt von etwa 6 g Ammoniak, 0,6 g Schwefelwasserstoff und 47 g Kohlensäure im cbm in die Waschtürme 7 und 8, wo es bei einer Berührungszeit von etwa 1 1/2 Minuten von seinem Ammoniakgehalt befreit wird. Als Waschflüssigkeit dienen stündlich 2,8 cbm Wasser, das bei 9 auf den Waschturm 8 aufgegeben wird. Die aus diesem Waschturm abfließende Flüssigkeit sammelt sich im Behälter 10 und gelangt von dort bei 11 in den Waschturm 7. Aus diesem sammelt sich die Flüssigkeit im Behälter 12. Von dort fließt sie in die Mischvorrichtung 13, wo durch Zuführung von Ammoniak aus der Leitung 14 ihr Ammoniakgehalt auf etwa 3% erhöht wird. Sie gelangt dann bei 5 in den Wäscher 3. Dem Waschturm 7 wird gleichzeitig bei 11 über die Leitung 11a das im Behälter 2 sich sammelnde Gaswasser zugeführt. Das gereinigte Gas verlässt die Waschvorrichtungen bei 15. Es enthält neben Spuren Ammoniak im cbm nur etwa 0,5 g Schwefelwasserstoff und etwa 38 g Kohlensäure. Es kann nun in beliebiger Weise von Benzol und dem restlichen Schwefelwasserstoff gereinigt werden und zwar sowohl unter gewöhnlichem, als auch unter erhöhtem Druck, z.B. bei dem Druck der Ferngasleitung.

Aus dem Behälter 6 gelangen stündlich etwa 6 cbm einer wässrigen Flüssigkeit mit etwa 105 kg Ammoniak, 47,5 kg Schwefelwasserstoff und 60 kg Kohlensäure auf den Abtreiber 16, wo die Flüssigkeit durch bei 17 zugeführten Dampf erhitzt wird. Die aus dem Abtreiber abfließende Flüssigkeit gibt in einem Wärmeaustauscher 18 ihre Wärme an die

zufließende kalte Lösung ab. Sie kann dann bei 19 abgeleitet und gewünschtenfalls von dort bei 4 bzw. 9 auf die Waschvorrichtungen 3 bzw. 8 aufgegeben werden. Die im Abtreiber 16 entstehenden Dämpfe werden in dem Déphlegmator 20 auf etwa 60 bis 70° gekühlt. Hiernach wird der Gasstrom bei 21 geteilt. Der eine Teil (z.B. etwa 30% der gesamten Dämpfe) gelangt in einen Kühler 22 und wird dort zu einer konzentrierten wässrigen Lösung verdichtet, die sich im Behälter 23 sammelt und deren Menge stündlich etwa 280 kg beträgt. Sie enthält etwa 20% Ammoniak, etwa 17% Schwefelwasserstoff und etwa 21% Kohlensäure. Der andere Teil der Dämpfe gelangt von 21 in eine Waschvorrichtung 24 und wird dort mit stündlich 1,5 cbm einer zwischen 210 und 280° siedenden Xylenolfraktion gewaschen. In dieser Vorrichtung wird durch Kühlung oder Erhitzung mittels der Schlange 25 eine Temperatur von etwa 30 bis 40° aufrecht erhalten. Der Schwefelwasserstoff und die Kohlensäure entweichen durch die Leitung 26 und werden ebenfalls dem Kühler 22 zugeführt. Das mit Ammoniak beladene Xylenol gelangt über die Rohrleitung 27 in die Wiederbelebungs-kolonne 28, wo sie mittels der Heizvorrichtung 29 auf 100 bis 120° erwärmt wird. Das Ammoniak entweicht in die Leitung 14 und wird durch diese der Mischvorrichtung 13 zugeführt. Das vom Ammoniak befreite Xylenol gelangt in einen Kühler 30 und von dort wieder in die Waschvorrichtung 24 zurück.

Würde man in der bisher üblichen Weise die gesamten, aus dem Abtreiber 16 entweichenden Dämpfe in Ammoniak einerseits, schwache gasförmige Säuren andererseits zerlegen, so benötigt man stündlich 2,1 dm Xylenol und für den Betrieb der Waschvorrichtung 24 mit der Wiederbelebungs-kolonne 28 entsprechend grössere Energiemengen. Ausserdem

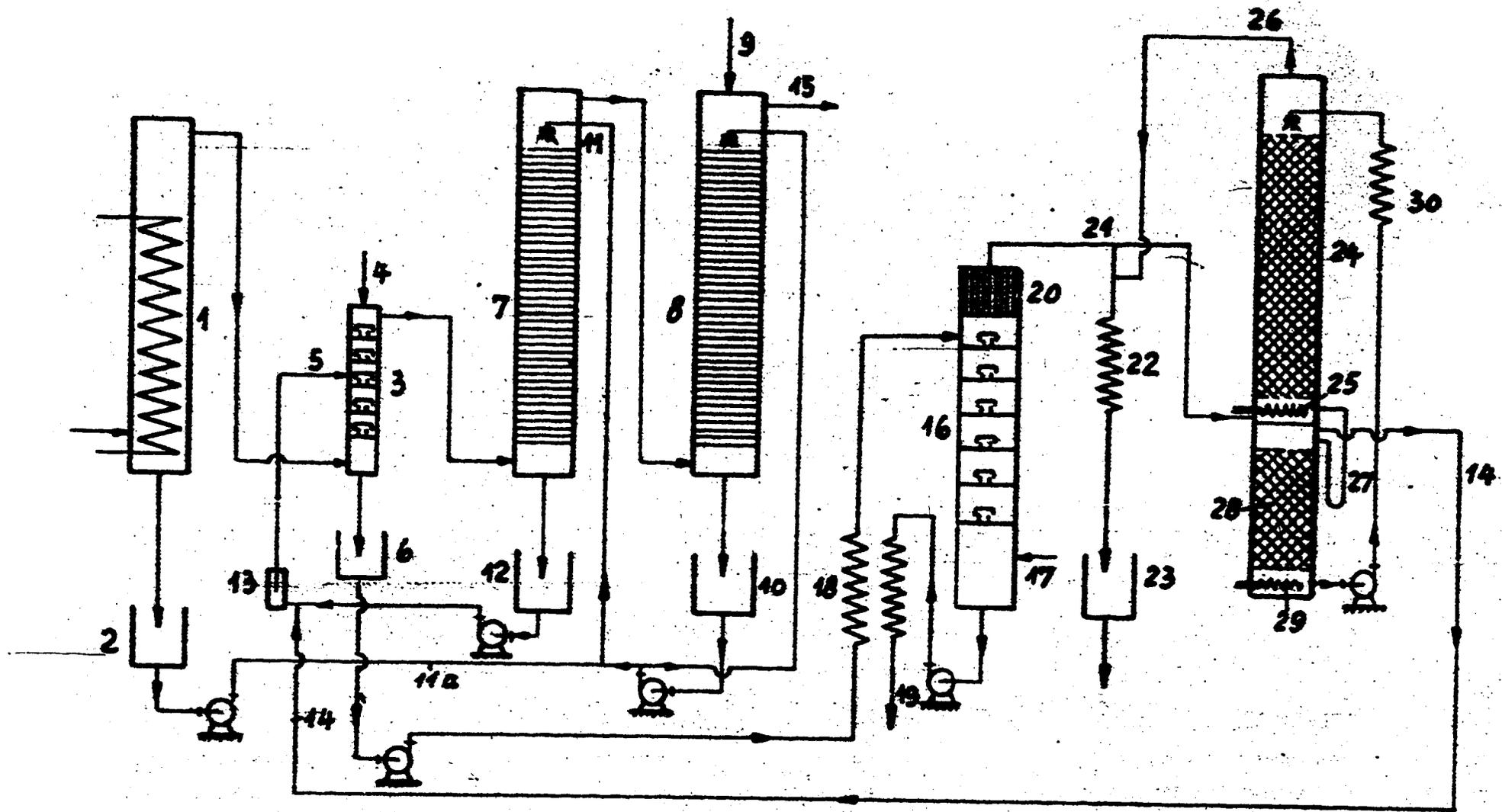
müsste dann zur Vereinigung des Schwefelwasserstoffes und der Kohlensäure mit einem Teil des Ammoniaks eine besondere Absorptionsanlage vorgesehen werden.

Patentanspruch.

Weiterbildung des Verfahrens nach Patent(Patentanmeldung I 60 304 IVb/26d), dadurch gekennzeichnet, dass man die Ammoniak, Schwefelwasserstoff und bzw. oder Kohlensäure enthaltenden wässrigen Waschflüssigkeiten erhitzt und einen Teil der gebildeten Dämpfe, dessen Ammoniakgehalt zur ersten Stufe der Gaswaschung zurückgeführt werden soll, in Ammoniak einerseits, Schwefelwasserstoff und bzw. oder Kohlensäure andererseits zerlegt, während die restlichen ammoniak-, schwefelwasserstoff- und bzw. oder kohlenstoffhaltigen Dämpfe, gegebenenfalls nach Zusatz der bei der Zerlegung des anderen Teils entweichenden Menge Schwefelwasserstoff und bzw. oder Kohlensäure, zu einer konzentrierten Lösung von Schwefelammonium und bzw. oder Ammoniumcarbonaten verdichtet werden.

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

1 Zeichnung.



084