

TITLE PAGE

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

Frame Nos. 85 - 91

# I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen : O.Z. 10835. We/P.

Ludwigshafen a.Rh., den 14. Juni 1938.

(7)

085

Verfahren zur Reinigung von Gasen.

Zusatz zum Patent .... (Anmeldung I.60 304 IVb/26d).

Im Patent ... (Anmeldung I.60 304 IVb/26d) ist gezeigt, dass man Gase, die schwache gasförmige Säuren, wie Schwefelwasserstoff und Kohlensäure, und gegebenenfalls Ammoniak enthalten, in einfacher Weise reinigen kann, wenn man das Gas zunächst in Gegenwart von Ammoniak mit Wasser behandelt, dann in einer zweiten Waschstufe mit Wasser oder Gaswasser das Ammoniak abscheidet, aus der hierbei gebildeten Flüssigkeit freies Ammoniak gewinnt und dieses der ersten Waschstufe zuführt. Wenn die Gase als schwache gasförmige Säuren Schwefelwasserstoff neben Kohlensäure enthalten, ist es besonders vorteilhaft, in der ersten Waschstufe durch kurze Berührungszeit des Gases mit der Waschflüssigkeit praktisch nur Schwefelwasserstoff zu entfernen, in der zweiten Stufe aber eine wesentlich größere Berührungszeit des Gases mit der Flüssigkeit aufrecht zu erhalten.

Im Patent .... (Anmeldung I.60 465 IVb/26d) ist weiter gezeigt, dass es bei der Behandlung von Gasen, die Schwefelwasserstoff und Kohlensäure und gegebenenfalls Ammoniak enthalten, häufig vorteilhaft ist, wenn man in einer ersten Waschstufe in Gegenwart von Ammoniak das Gas unter Aufrechterhaltung einer kurzen Berührungszeit des Gases mit der Waschflüssigkeit mit Wasser oder mit Gaswasser behandelt, wobei man dieser Waschstufe freies Ammoniak aus anderer

Quelle oder auch ein Gemisch von Ammoniak und Kohlensäure, das auch noch Schwefelwasserstoff enthalten kann, zuführt oder, wenn das zu reinigende Gas genügend Ammoniak enthält, auf eine Zufuhr von Ammoniak zu dieser Waschstufe überhaupt verzichtet, und alsdann in einer zweiten Waschstufe das im Gas enthaltene Ammoniak entweder mit Wasser oder Gaswasser bei grösserer Berührungzeit des Gases mit der Flüssigkeit oder aber mit Säuren oder wässrigen Lösungen saurer Stoffe auswäscht.

Es wurde nun gefunden, dass es besonders vorteilhaft ist, wenn man das nach Entfernung der schwachen gasförmigen Säuren noch im Gas verbleibende Ammoniak mit Hilfe schwer flüchtiger, schwacher anorganischer oder organischer Säuren aus dem Gas entfernt, deren Ammoniumsalze in wässriger Lösung in der Hitze in freies Ammoniak und die betreffende schwache Säure gespalten werden. Beispielsweise eignen sich für diesen Zweck wässrige Lösungen von Zitronensäure oder von Aminocarbon- oder Aminosulfonsäuren, wie z.B. Glykokoll, oder auch von Phenolen, z.B. Phenol und seinen Homologen.

Die Anwendung solcher schwer flüchtigen schwachen Säuren für die vollständige Abscheidung des Ammoniaks aus dem Gas ist deshalb besonders vorteilhaft, weil die Berührungzeit zwischen dem Gas und der Säure nur verhältnismässig kurz zu sein braucht, sodass Wascheinrichtungen mit kleinem Rauminhalt verwendet werden können. Gleichzeitig bietet die Anwendung dieser Säuren den Vorteil, dass das Ammoniak in freiem Zustande gewonnen wird und alsdann im Bedarfsfalle der ersten Waschstufe zugeführt werden kann.

Besondere Vorteile bietet das Verfahren dann, wenn die in der ersten Waschstufe gebildete, Ammoniak und Schwefelwasserstoff oder

Kohlensäure oder beide enthaltende Flüssigkeit durch Behandlung - sei es der Flüssigkeit selbst, sei es der aus ihr durch Erhitzen entwickelten Dämpfe - mit schwer flüchtigen schwachen Säuren derart zerlegt wird, dass einerseits Schwefelwasserstoff und bezw. oder Kohlensäure, andererseits Ammoniak in freiem Zustande gewonnen werden. Man kann dann die gleichen schwachen Säuren auch für die Abscheidung des restlichen Ammoniaks aus dem Gas benutzen und gegebenenfalls die bei den beiden Verfahrensstufen anfallenden Lösungen von Ammoniumsalsen der schwer flüchtigen schwachen Säuren gemeinsam durch Erhitzen von Ammoniak befreien.

Wenn das zu reinigende Gas nur Schwefelwasserstoff und gegebenenfalls Ammoniak enthält, so kann man in der ersten Waschstufe eine kurze oder lange Berührungsdauer des Gases mit der Waschflüssigkeit wählen, da in beiden Fällen eine genügend weitgehende Entfernung des Schwefelwasserstoffs aus dem Gas eintritt. Enthält das Gas nur Kohlensäure, gegebenenfalls neben Ammoniak, so muss die Berührungszeit in der ersten Waschstufe erheblich grösser sein, da anderenfalls eine ausreichende Entfernung der Kohlensäure nicht möglich ist. Enthält aber das Gas sowohl Schwefelwasserstoff als auch Kohlensäure, gegebenenfalls neben Ammoniak, und soll der Schwefelwasserstoff möglichst frei von Kohlensäure gewonnen werden, so muss man die erste Waschstufe unterteilen, derart, dass zunächst bei kurzer Berührungszeit des Gases mit der Flüssigkeit im wesentlichen der Schwefelwasserstoff und erst dann bei grösserer Berührungszeit die Kohlensäure entfernt wird.

Beispiel.

Man führt stündlich 1000 cbm eines Gases, das durch Umsetzung von Wassergas mit Wasserdampf erhalten wurde und 33% Kohlensäure, 3% Kohlenoxyd, 63% Wasserstoff, 0,5% Stickstoff und 0,5% Methan enthält, durch die Leitung 1 in einen Waschturm 2, nachdem sie mit stündlich 600 cbm Ammoniak, das durch die Leitung 3 eingeführt wird, vermischt sind. In dem Waschturm wird das Gas mit einer durch die Leitung 4 zugeführten gekühlten Ammoniumcarbonatlösung berieselt. Dabei wird der Kohlensäuregehalt des Gases auf 0,1% herabgesetzt, während sein Ammoniakgehalt nunmehr 5 g im cbm beträgt. Das Gas gelangt nun über die Leitung 5 in einen zweiten Waschturm 6 und wird dort mit stündlich 4,5 cbm Xylenol berieselt, das durch die Leitung 7 zugeführt wird. Das nunmehr vom Ammoniak befreite Gas wird im oberen Teil 8 dieses Waschturmes noch mit gekühltem Wasser behandelt, das durch die Leitung 9 zugeführt wird und die letzten Spuren Xylenol aus dem Gas beseitigt. Dieses Waschwasser gelangt dann über die Leitung 10 und die Pumpe 11 und die Leitung 12 bei 13 in den oberen Teil des Waschturmes 2 und wird in den tiefer gelegenen Teilen des Turmes der Ammoniumcarbonatlösung zugeführt. Die aus dem Waschturm 2 unten abfließende Lösung, die 15 - 20% Ammoniak, im wesentlichen als Ammoniumcarbonat, enthält, wird durch die Leitung 14 und die Pumpe 15 abgeführt. Ein Teil gelangt über die Leitung 4 zurück in den Waschturm 2, während der andere Teil (stündlich etwa 2,5 cbm) durch die Leitung 16 über einen Wärmeaustauscher 17 und die Leitung 18 einer Abtreibekolonne 19 zugeführt werden. In dieser wird die Lösung erhitzt, wobei ein Ammoniak, Kohlensäure und Wasserdampf enthaltendes Gemisch ent-

weicht, das im Kühler 20 teilweise gekühlt wird. Das hier kondensierte Wasser fließt in die Abtreibekolonne 19 zurück, während das Ammoniak und die Kohlensäure mit verhältnismässig wenig Wasserdampf durch die Leitung 21 abgeführt werden. Die wässrige Flüssigkeit, die aus dem unteren Teil der Abtreibekolonne 19 abfließt, gelangt über die Leitung 22, die Pumpe 23, den Wärmeaustauscher 17 und den Kühler 24 in die Leitung 9 und wird auf diese Weise in den Kreislauf zurückgeführt. Die durch die Leitung 21 abziehenden, Ammoniak und Kohlensäure enthaltenden Dämpfe, die im Kühler 20 auf etwa 75° abgekühlt sind, werden in einen Waschturm 25 geleitet und dort stündlich mit 4,5 cbm Xylenol besprüht. Im unteren Teil dieses Turmes hält man eine Temperatur von etwa 70-90° aufrecht, während im oberen Teil eine Temperatur von etwa 30-40° herrscht. In diesem Turm wird das Ammoniak durch das Xylenol gebunden, während die Kohlensäure durch die Leitung 26 entweicht, im Turm 27 mit Wasser gewaschen wird und durch die Leitung 28 einer beliebigen Verwendung zugeführt werden kann. Das aus dem Turm 27 abfließende Wasser gelangt über die Leitung 28 in den oberen Teil der Abtreibekolonne 19. Aus dem unteren Teil des Waschturmes 25 wird durch die Leitung 26, die Pumpe 27 und die Leitung 28 das ammoniakhaltige Xylenol abgeführt und in die Kolonne 29 eingeführt, in der es auf 100° erhitzt wird. Hierbei entweicht das Ammoniak und gelangt über die Leitung 3 erneut in den Waschturm 2. Das von Ammoniak befreite Xylenol gelangt über die Leitung 30, die Pumpe 31 und den Kühler 32 in die Leitung 7 und von dort erneut in den Waschturm 6. Das aus diesem abfließende, bereits etwas Ammoniak enthaltende Xylenol wird über die Leitung 33, die Pumpe 34 und die Leitung 35 dem Waschturm 25 zugeführt.

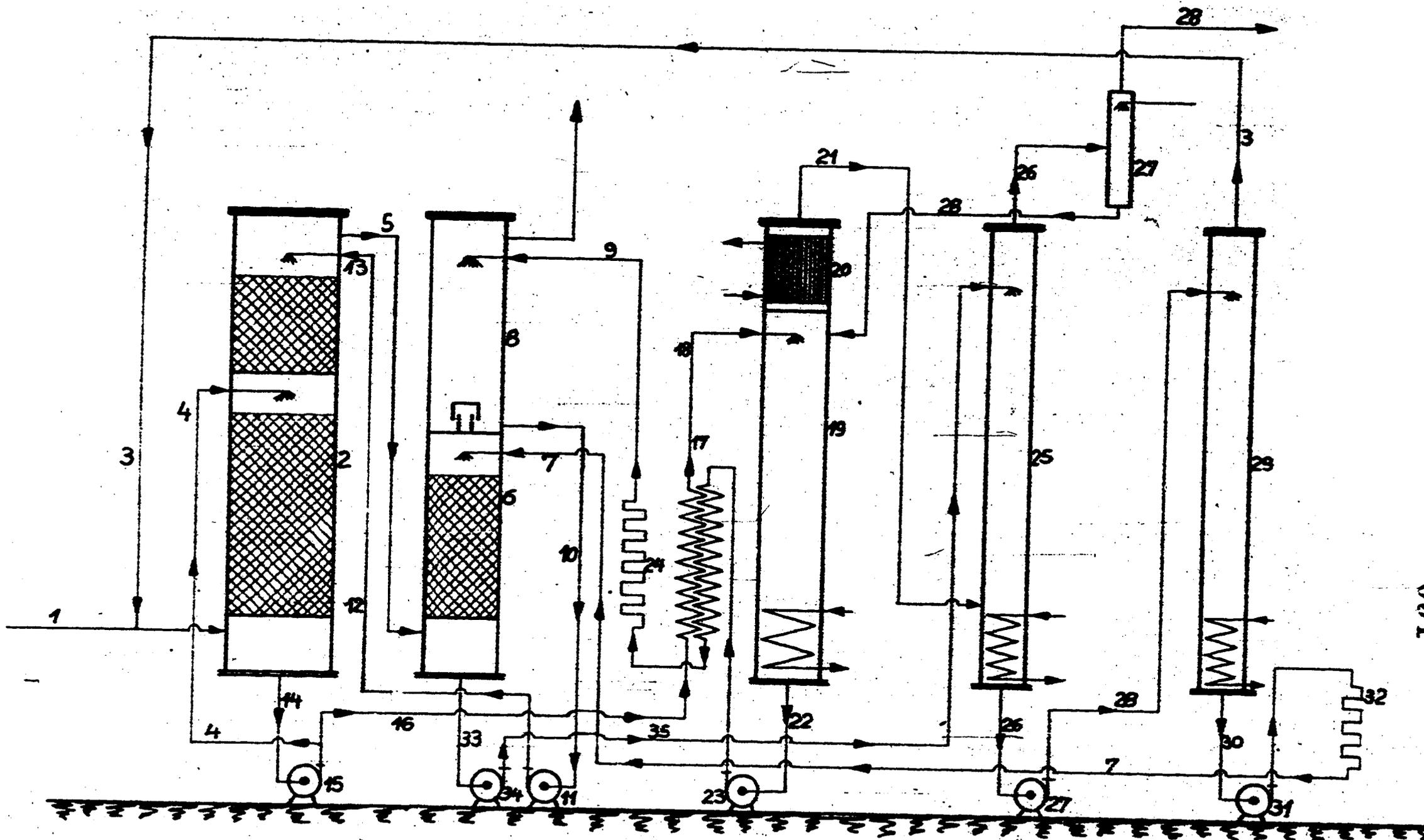
Patentansprüche.

1. Weiterbildung des Verfahrens nach Patent...(Anmeldung I.60 304 IVb/26d) und Patent .... (Anmeldung I.60 465 IVb/26d), dadurch gekennzeichnet, dass das zu reinigende Gas in einer ersten Stufe in Gegenwart von Ammoniak mit Wasser behandelt und in einer zweiten Stufe das noch im Gas verbleibende Ammoniak durch schwer flüchtige, schwache anorganische oder organische Säuren, deren Ammoniumsalze in wässriger Lösung in der Hitze gespalten werden, entfernt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass 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 werden, und dass die schwer flüchtigen Säuren sowohl für diese Zerlegung, als auch für die Auswaschung des Gases in der zweiten Stufe benutzt werden.

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

1 Zeichnung.



160.