

TITLE PAGE

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

Frame Nos. 92 - 99

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

No. 82.

Unser Zeichen: O.Z. 10528. We/P.

Ludwigshafen a. Rh., den 8. Februar 1938,

⑧

092

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 Kohlendioxyd, und gegebenenfalls Ammoniak enthalten, in vorteilhafter Weise reinigen kann, wenn man sie 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. Es ist dort weiter gezeigt, dass es hierbei, wenn die Gase sowohl Schwefelwasserstoff als auch Kohlensäure enthalten, vorteilhaft ist, 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.

Es wurde nun gefunden, dass dieses Verfahren noch dadurch vereinfacht werden kann, dass man die Gewinnung von freiem Ammoniak aus der in der zweiten Stufe gebildeten Waschflüssigkeit vermeidet und statt dessen der ersten Waschstufe freies Ammoniak aus anderer Quelle oder ein Gemisch von Ammoniak und Kohlensäure zuführt, das auch noch Schwefelwasserstoff enthalten kann, oder, wenn die Schwe-

felwasserstoff und Kohlensäure enthaltenden Gase genügend Ammoniak enthalten, auf eine Zuführung von Ammoniak zu der ersten Waschstufe überhaupt verzichtet. Die Zufuhr von freiem Ammoniak aus anderer Quelle oder von Ammoniak-Kohlensäure-Gemischen zur ersten Stufe ist stets dann notwendig, wenn der Ammoniakgehalt des Gases nicht ausreicht, um in der ersten Waschstufe den Schwefelwasserstoff weitgehend oder praktisch vollständig aus dem Gas zu entfernen. Sie kann aber auch erfolgen, wenn der Ammoniakgehalt des Gases an sich schon genügend gross ist. Ebenso wie bei dem Verfahren des Hauptpatents ist es hier wesentlich, dass in der ersten Waschstufe, in der das Gas mit Wasser oder Gaswasser gewaschen wird, eine kurze Berührungzeit des Gases mit der Waschflüssigkeit aufrecht erhalten wird, denn nur dann gelingt es, den Schwefelwasserstoff zum grössten Teil aus dem Gas zu entfernen, während die gleichzeitig im Gas vorhandene Kohlensäure nur in geringer Menge aufgenommen wird.

Die anzuwendende Wassermenge richtet sich nach dem Ammoniak- und Schwefelwasserstoffgehalt des Gases und nach dem Grade der gewünschten Auswaschung. Falls der Schwefelwasserstoff sehr weitgehend ausgewaschen werden soll, wird man zur Auswaschung Wasser, das zweckmässig gut gekühlt ist, nehmen; falls nur ein Teil des Schwefelwasserstoffs ausgewaschen werden soll, kann auch verdünntes Gaswasser, das bei der Kühlung der Rohgase anfällt, entweder für sich oder gemischt mit Wasser benutzt werden. Falls der Überschuss an Ammoniak gegenüber dem Schwefelwasserstoff sehr gross ist, kann ebenfalls verdünntes Gaswasser bereits eine genügende Menge Schwefelwasserstoff auswaschen. Der Vorteil der Verwendung von verdünntem Gaswasser

an Stelle von Wasser beruht darin, dass zumindest ein Teil des Gaswassers nur einmal abgetrieben zu werden braucht.

Das nach der ersten Waschstufe im Gas verbleibende Ammoniak kann entweder, wie bei dem Verfahren des Hauptpatents, in einer zweiten Waschstufe mit Wasser oder Gaswasser oder mit beiden im Gemisch oder nacheinander unter Aufrechterhaltung einer wesentlich grösseren Berührungszeit des Gases mit der Flüssigkeit ausgewaschen werden, wobei eine wässrige Lösung gebildet wird, die neben Ammoniak auch Kohlensäure und gegebenenfalls Schwefelwasserstoff enthält, oder man kann das Gas unmittelbar mit Säuren oder wässrigen Lösungen saurer Stoffe behandeln und auf diese Weise das Ammoniak entfernen.

Arbeitet man in der zweiten Waschstufe mit Wasser oder Gaswasser als Waschflüssigkeit, so kann man aus der abfliessenden Lösung Ammoniak und Kohlensäure und gegebenenfalls Schwefelwasserstoff in der üblichen Weise durch Erhitzen abtreiben und das so erhaltene Dampfgemisch unmittelbar der ersten Waschstufe zuführen, z.B. indem man es dem Rohgas vor seinem Eintritt in die erste Waschstufe beimischt. Man kann aber auch die Zuführung von Ammoniak zur ersten Waschstufe, wenn eine solche vorgenommen wird, dadurch bewerkstelligen, dass man in der gleichen Weise aus dem Gaswasser, das bei der Kühlung des Rohgases vor der ersten Waschstufe gebildet wird, ein Ammoniak und Kohlensäure und gegebenenfalls Schwefelwasserstoff enthaltendes Dampfgemisch erzeugt und dieses dem Rohgas vor seinem Eintritt in die erste Waschstufe zuführt, zweckmässig vor dem Kühler.

Will man bei der ersten Waschstufe Ammoniak aus fremder Quelle zuführen, so kann dieses beliebigen Ursprungs sein und gegebenenfalls auch noch Kohlensäure und Schwefelwasserstoff enthalten.

Wenn das zu reinigende Gas von vornherein genügend Ammoniak enthält, oder wenn Ammoniak aus anderer Quelle zugeführt wird, um eine Abscheidung des Schwefelwasserstoffs in der ersten Waschstufe zu ermöglichen, kann man die gebrauchte Waschflüssigkeit der zweiten Stufe in an sich bekannter Weise durch Abtreiben des Ammoniaks unmittelbar auf konzentriertes Ammoniakwasser verarbeiten oder auch die beim Abtreiben entwickelten Dämpfe auf Säuren oder wässrige Lösungen saurer Stoffe einwirken lassen und auf diese Weise Ammonsalze gewinnen. Im letzten Falle kann man, ebenso wie bei der Auswaschung des nach der ersten Waschstufe im Gas verbleibenden Ammoniaks durch Säuren oder wässrige Lösungen saurer Stoffe, beispielsweise Schwefelsäure, Salpetersäure, Abfallschwefelsäure der Benzolraffination oder auch wässrige Lösungen von schwefliger Säure oder von solchen Sulfiten oder Thionaten verwenden, die noch Ammoniak binden können.

In der ersten Waschstufe wird, wie bei dem Verfahren des Hauptpatents, eine wässrige Lösung gewonnen, die im wesentlichen Ammoniak und Schwefelwasserstoff enthält. Aus ihr kann in einfacher Weise durch Abtreiben eine konzentrierte Schwefelammonlösung gewonnen werden, die dann in beliebiger Weise weiter verarbeitet werden kann. Führt man die zweite Waschstufe mit Wasser oder Gaswasser durch, so kann man auch die Waschflüssigkeiten der ersten und zweiten Stufe gemeinsam aufarbeiten, indem man das Ammoniak in der üblichen Weise abtreibt und dann entweder auf konzentriertes Ammoniakwasser oder auf Ammonsalze verarbeitet.

Führt man der ersten Waschstufe Ammoniak zu, so muss sich dessen Menge nach der Menge des im Gas enthaltenen Schwefelwasserstoffs

richten. Die in der ersten Stufe anwesende Ammoniakmenge muss auf alle Fälle so gross sein, dass der Schwefelwasserstoff gebunden werden kann. Sie kann aber auch wesentlich grösser sein.

Ebenso wie das Verfahren des Hauptpatents kann auch das vorliegende unter gewöhnlichem oder auch unter erniedrigtem oder erhöhtem Druck durchgeführt werden. Will man das gereinigte Gas unter erhöhtem Druck verwenden, z.B. für die Ferngasversorgung, so kann es zweckmässig sein, die erste Waschstufe in zwei Stufen zu zerlegen, in deren erster das Gas bei gewöhnlichem Druck von einem Teil des Schwefelwasserstoffs befreit wird, während der Rest des Schwefelwasserstoffs weitgehend oder praktisch vollständig in der zweiten Stufe unter erhöhtem Druck abgeschieden wird. Das Gas enthält dann nur noch geringe Mengen Schwefelwasserstoff, sodass eine etwa erforderliche Nachreinigung, z.B. mittels Raseneisenerz oder aktiver Kohle oder mit Aufschlämmungen von basisch reagierenden Metalloxyden, wie Kalk, oder mit Bisulfitlösungen, in einfacher Weise und in wenig Raum beanspruchenden Vorrichtungen durchgeführt werden kann.

Beispiel.

Man führt stündlich 2000 cbm Kokereigas durch die Leitung 1 (vergl. die anliegende Zeichnung) in den Kühler 2, in dem das Gas auf 25° gekühlt wird. Hierbei werden 800 Liter eines Gaswassers abgeschieden, das im Liter 10 g Ammoniak, 18 g Kohlendioxyd und 5 g Schwefelwasserstoff enthält und sich im Behälter 3 sammelt. Das Gas enthält hiernach etwa 15 g Ammoniak, 10 g Schwefelwasserstoff und 50 g Kohlendioxyd im cbm. Es gelangt durch die Leitung 4 in den

Glockenbodenwäscher 5, in dem es mit 1,5 cbm Wasser, das durch die Leitung 6 zugeführt wird, berieselt wird. Hierbei wird das Gas soweit gereinigt, dass es im cbm noch 6 - 7 g Ammoniak, 0,2 g Schwefelwasserstoff und 45 g Kohlendioxyd enthält. Die abfließende Flüssigkeit sammelt sich im Behälter 7. Das Gas gelangt durch die Leitung 8 nunmehr in den Waschturm 9, in dem durch die Leitung 10 etwa 0,5 cbm Wasser und/durch die Leitung 11 das über die Pumpe 12 aus dem Behälter 3 zugefügte Gaswasser eingeführt wird. Das gereinigte Gas verlässt den Waschturm durch die Leitung 13. Es enthält nur noch geringe Mengen Ammoniak und daneben im cbm etwa 100 mg Schwefelwasserstoff und 2% Kohlendioxyd. Die aus dem Waschturm 9 abfließende Flüssigkeit (etwa 1,3 cbm) sammelt sich im Behälter 14 und gelangt von dort über die Pumpe 15 und die Leitung 16 in einen Abtreiber 17, in dem sie erhitzt und von Ammoniak, Kohlendioxyd und Schwefelwasserstoff befreit wird. Die hierbei entwickelten Dämpfe entweichen durch die Leitung 18 und werden durch diese in das bei 1 zugeführte Rohgas zurückgeführt. Die Flüssigkeit, die sich in dem Behälter 7 sammelt und die im Liter etwa 11 g Ammoniak und 12 g Schwefelwasserstoff enthält, gelangt über die Pumpe 19 und die Leitung 20 in einen zweiten Abtreiber 21 und wird dort erhitzt. In dem Dephlegmator 22 wird eine Temperatur von etwa 70° aufrecht erhalten. Die entweichenden Dämpfe gelangen in den Kühler 23 und werden dort zu einer Schwefelammonlösung mit einem Ammoniakgehalt von etwa 20% kondensiert, die sich im Behälter 24 sammelt.

Patentanpruch.

Weiterbildung des Verfahrens nach Patent (Anmeldung I.60 304 IVb/26d), dadurch gekennzeichnet, dass bei der Behandlung von Gasen, die Schwefelwasserstoff und Kohlensäure und gegebenenfalls Ammoniak enthalten, in einer ersten Waschstufe in Gegenwart von Ammoniak das Gas unter Aufrechterhaltung einer kurzen Berührungzeit des Gases mit der Waschflüssigkeit mit Wasser und/oder mit Gaswasser behandelt wird, wobei dieser Waschstufe freies Ammoniak aus anderer Quelle oder aber ein Gemisch von Ammoniak und Kohlensäure, das auch noch Schwefelwasserstoff enthalten kann, zugeführt wird, oder, wenn das zu reinigende Gas genügend Ammoniak enthält, auf eine Zuführung von Ammoniak zu dieser Waschstufe verzichtet werden kann, worauf 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 ausgewaschen wird.

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

1 Zeichnung.

RRR

