

- Kurzbez.: Kalziumnitrat-Lösungen werden mit Zechenammoniak-Abtreibgasen behandelt und dann eingedampft

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

Oberhausen-Holten, den 28.1.1943

Pat.-Abt. Ham/Am  
R 661

7985

### Verfahren zur Herstellung von Kalkammonsalpeter

Zur Gewinnung von Kalkammonsalpeter hat man Kalziumnitratlösungen bereits mit Ammoncarbonatlösungen vermischt. Hierbei bildet sich durch Fällung Kalziumcarbonat, während Ammonnitrat in Lösung geht. Lässt man den Kalziumcarbonat-Niederschlag als Aufschlammung in der Lösung, so kann durch Eindampfung ein Kalkammonsalpeter gewonnen werden, der annähernd 60 % Ammonnitrat und 40 % Kalziumcarbonat enthält.

Man hat Kalziumnitrat-Lösungen auch bereits mit Ammonsulfat zur Umsetzung gebracht. Hierbei entsteht durch Ausfällung Kalziumsulfat und man erhält durch Eindampfung der Gesamtmischung einen aus Ammonnitrat und Kalziumsulfat bestehenden Mischdünger, der praktisch einem Kalkammonsalpeter entspricht.

Es wurde gefunden, dass sich Kalziumnitrat-Lösungen besonders vorteilhaft in Kalkammonsalpeter umwandeln lassen, wenn man sie nach ausreichender Vorkonzentration in einem Sättiger mit Dämpfen behandelt, die bei der Abtreibung von Ammoniakwasser entstehen, das seinerseits aus Kokereiammoniak gewonnen wurde. Ein derartiges Ammoniakwasser enthält soviel Kohlensäure, dass das gesamte Ammoniak als Ammoncarbonat gebunden ist. Bei der Verdampfung entstehen Ammoniak- und Kohlensäure enthaltende Dämpfe. Wenn man diese Dämpfe unter guter Umrührung in eine Kalziumnitratlösung einleitet fällt Kalziumcarbonat aus, während Ammonnitrat in Lösung geht. Die nach ausreichender Einleitung von Zechenammoniak-Abtreibungsdämpfen entstandene Ammonnitratlösung durchläuft einschliesslich des darin suspendierten Kalziumcarbonates eine Trockentrommel, wo in kontinuierlichem Arbeitsgang das vorhandene Wasser entfernt und unmittelbar ein granulierter Kalkammonsalpeter von überraschend guten Lagereigenschaften erhalten wird.

Auf der beiliegenden Zeichnung ist die Ausführung des Verfahrens anhand eines Reaktionsschemas dargestellt.

Es sind 1 und 2 zwei Salpetersäure-Absorptionstürme

oder Turmgruppen, denen durch Leitung 3 nitroshaltige Gase, beispielsweise Ammoniak-Verbrennungsgase zugeleitet werden. Die Gase durchlaufen die vorhandenen Absorptionstürme in Hintereinanderschaltung, wobei die entstehenden Restgase beispielsweise bei 4 entweichen. Als Absorptionsmedium dient eine  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  haltige Kalziumhydroxydlösung, welche zwischen den Behältern 5 und 6 solange umläuft, bis sie die erforderliche Konzentration erreicht hat. Die Kalkmilch wird im Behälter 7 zubereitet und von hier aus der umlaufenden Absorptionslösung fortlaufend zugesetzt. Der hierdurch entstehenden Volumenvermehrung entsprechend wird aus dem Behälter 6 fortlaufend Kalziumnitratlösung entnommen und in das Zersetzungsgefäß 8 übergeführt, wo man das vorhandene Nitrit durch Salpetersäure zersetzt. Die hierbei entstehenden nitrosen Gase kehren in die Säureabsorption zurück.

Die in Behälter 8 nitritfrei gemachte Kalziumnitratlösung durchläuft einen Vorverdampfer 9, wo sie durch Wasserverdampfung auf eine Konzentration von annähernd 450 - 550 g  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$ /Ltr. gebracht wird. Es ist unvorteilhaft, die Lösung noch weiter einzuengen, weil die Verteilung der einzuleitenden Gase unter diesen Umständen zu ungleichmässig wird.

Die konzentrierte Lösung gelangt sodann in einen zur Ausführung von Gasabsorptionen geeigneten Rührwerksbehälter 10. In diesen Behälter werden Ammoniak und Kohlensäure enthaltende Gase eingeleitet, die in der Zechenammoniak-Abtreibekolonne 11 entstehen. Die Einleitung dieser Gase verursacht eine Ausfällung von Kalziumcarbonat und eine entsprechende Bildung von Ammonnitrat. Die durch ausreichende Rührbewegung in Suspension gehaltene Mischung fließt kontinuierlich oder absatzweise einer Trockentrommel 12 zu, wo sie durch Austreibung des restlichen Wassergehaltes verfestigt wird. Es entsteht auf diese Weise ein Kalkammonsalpeter von guten Lagereigenschaften, weil das vorhandene Kalziumcarbonat durch Fällung entsteht und in molekularer Verteilung vorliegt.

Ausführungsbeispiel:

Mit Hilfe der Säureabsorption wurde in an sich bekannter Weise eine Kalziumnitrat-Lösung erzeugt, die im Liter 180 g  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  und 60 g Kalziumnitrit enthielt. Hieraus gewann man im Behälter 8 durch Zusatz von Salpetersäure eine Lösung, die pro Liter annähernd 260 g  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  aufwies. Im Verdampfer 9 wurde soviel Wasser entfernt, dass eine Lösung entstand, welche pro Liter 550 g  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  enthielt. Aus der Kolonne 11 leitete man dieser Lösung soviel Zechenammoniak-Abtreibungsgase zu, dass je Liter  $\text{Ca}(\text{NO}_3)_2$  <sup>Lösung</sup> 114 g  $\text{NH}_3$  und 148 g  $\text{CO}_2$  eintraten. Die hierbei anfallende Aufschlammung bestand aus 520 g  $\text{NH}_4 \text{NO}_3$ , 344 g  $\text{CaCO}_3$  und 1000 g Wasser. Durch Wasserabdampfung entstand in der Trockentrommel 12 hieraus ein Kalkammonsalpeter, der 21 % Stickstoff und nur noch etwa 1 - 1,5 % Wasser enthielt.

Patentanspruch

Verfahren zur Herstellung von Kalkammonsalpeter, d a -  
d u r c h g e k e n n z e i c h n e t , dass man die bei der  
Absorption von nitrosen Gasen entstehenden Kalziumnitratlösun-  
gen nach ausreichender Vorverdampfung mit Zechenammoniak-Ab-  
triebsgasen behandelt und die hierbei entstehende Mischung  
aus Kalziumcarbonat und Ammonnitrat unmittelbar anschliessend  
durch eine Trocken- und Granuliertrommel leitet.

RUHRCHEMIE AKTIENGESELLSCHAFT

