

31

Ein neues Verfahren
zur Trennung von Ammoniak und
Kohlensäure bzw. Schwefelwasserstoff.

I. Trennung von Ammonsulfid- und Ammonkarbonat bzw.
Bikarbonat-Gemischen.

Dr. Bähr.

II. Anwendung des Verfahrens zur Abtrennung von Gas-
und Kokereiwasser.

22. August 1938.

Dr. Bähr. Dr. Mengdehl.

Direktion,
Herrn Dir. Dr. v. Staden,
Herrn Dir. Dr. Strombeck,
Herrn Dr. Schunck,
Herrn Dr. Henning,
A.W.P.
Herrn Dr. Messerknecht,
Berichtesammlung 3 x,
Herrn Dr. Bähr,
Herrn Dr. Mengdehl
2 x überzählig.

Trennung von Ammoniumsulfid- und Ammoniumcarbonat-bezw. Bikarbonat-Gemischenin Ammoniak und Schwefelwasserstoff bzw. Kohlendioxyd.

In der Technik fallen an vielen Stellen, insbesondere bei der Reinigung von Gasen, Wasser an, die gleichzeitig Ammoniak, Kohlensäure bzw. Schwefelwasserstoff oder Gemische der letzteren enthalten. Solche Wasser können durch Abtreiben mit Dampf von Ammoniak befreit werden, und bei der Kondensation der übergehenden Dämpfe fällt ein ammoniakhaltiges Kondensat an. Da aber neben Ammoniak, Kohlensäure und Schwefelwasserstoff beim Abtreiben mit Dampf ebenfalls flüchtig gehen, enthalten die übergehenden Dämpfe nach ihrer Kondensation das Ammoniak in gebundener Form als Ammoniumcarbonat bzw. Ammoniumsulfid. Für die Verarbeitung des Ammoniaks besteht nun das Bedürfnis, dieses in reiner Form zu gewinnen und dasselbe von Kohlensäure bzw. Schwefelwasserstoff zu trennen. Hierfür wurden bereits Verfahren zur Trennung, z.B. durch stufenweise Erhitzung, angewandt, die aber nur zu einer teilweisen Trennung des Ammoniaks, der Kohlensäure und des Schwefelwasserstoffs führten.

Neues Verfahren zur Trennung von Ammoniak und Schwefelwasserstoff bzw. Kohlendioxyd.

Als Arbeitshypothese zur Lösung dieses Problems stellte ich mir vor, daß einer der beiden Bestandteile - entweder das NH_3 als schwache Base oder H_2S bzw. CO_2 als schwache Säure - zunächst chemisch gebunden wird, während der andere Gasbestandteil abgespalten wird, worauf in einer zweiten Stufe der gebundene Gasbestandteil durch höheres Erhitzen abgetrieben und somit für sich gewonnen werden kann. Zur Bindung des Ammoniaks können nach dieser Vorstellung schwache Säuren dienen, wie Alonin, Phenol, Aminosäuren usw., die das Ammoniak zunächst binden und beim Erhitzen auf höhere Temperatur - z. B. auf 100°C - wieder abgeben. Durch Vorversuche konnte dies bestätigt werden. Wenn die schwachen Säuren zunächst gebunden werden sollen, so müssen basisch wirkende Stoffe ange-

12621

wandt werden, die bei gewöhnlicher oder schwach erhöhter Temperatur die Kohlensäure und den Schwefelwasserstoff festhalten, während das Ammoniak hindurchgeht. Als solche Stoffe wurden organische Basen, wie die Äthanolamine, die Alkalisalze der Aminosäuren, als brauchbar gefunden.

Die Untersuchung der verschiedenen Lösungen auf ihre Brauchbarkeit zur Zerlegung von Schwefelammon in Ammoniak und Schwefelwasserstoff erfolgte in der in Abbildung 1 wiedergegebenen Apparatur (Seite 3). Die zur Abtreibung gelangende Schwefelammonlösung wurde in die Kolonne I (1) durch den Scheidetrichter (2) eingeführt und im Kolben (3) zum Sieden erhitzt, wobei das Ammoniak und der Schwefelwasserstoff abgetrieben und mit etwa 70 °C durch Leitung (4) in die Kolonne II (5) in der Mitte eingeführt wurden. Kolonne II (5) wurde mit der betreffenden zu untersuchenden Lösung durch Leitung (6) berieselt. Die Lösung wurde aus dem Kochgefäß der Kolonne III (7) mittels Pumpe (8) entnommen und durch Kühler (9) und Leitung (6) auf die Kolonne (5) gedrückt. Einer der Gasbestandteile wurde nun hier je nach der Art der Trennflüssigkeit durch dieselbe absorbiert und gelangte, gebunden an die Trennflüssigkeit, in den Kolben (10), der auf Temperaturen zwischen 60 und 80 °C gehalten wurde. Die mit dem Bestandteile gesättigte Lösung wurde nun mittels Pumpe (11) durch Leitung (12) auf den oberen Teil des Kolonnenaufsatzes (13) der Kolonne III gepumpt. Durch Erhitzen der Lösung auf etwa 100 bis 120 °C wurde nun hier in Kolonne (7) die Lösung von dem aufgenommenen Gasbestandteil befreit, der durch Kolonne (13), Kühler (14) und Leitung (15) entweicht. Die ausgekochte und dadurch regenerierte Lösung wird nun mittels Pumpe (8), Kühler (9), auf den Kolonnenaufsatz (5) der Kolonne II gedrückt. Durch die Rohrleitungen (15) bzw. (16) entweichen die getrennten Gasbestandteile und können in der Untersuchungseinrichtung (17) bzw. (18) untersucht werden. Im allgemeinen wurden bei den Untersuchungen etwa 100 - 500 ccm Sulfidlösung mit etwa 20 g NH₃ und 20 g H₂S abgetrieben und in der Zwischenkolonne II und II so viel Trennflüssigkeit zirkulieren lassen, daß das Verhältnis zwischen Ammoniak und Trennflüssigkeit zwischen 1 : 0,5 bis 1 : 1,5 schwankte. Einige der Ergebnisse

sind in der Zahlentafel 1 (Seite 5 und 6) zusammengestellt. Die eingebrachten Ammoniak- und Kohlensäure- bzw. Schwefelwasserstoffmengen sind je = 100 gesetzt, wovon in den Trennkolonnen II und III die entsprechenden 100er Teile Ammoniak bzw. Schwefelwasserstoff wiedergefunden wurden.

Aus den Zahlen läßt sich erkennen, daß die Phenole und ihre Homologen besonders günstige Eigenschaften als Trennflüssigkeit besitzen. Dies hat deshalb besondere Vorteile, weil die Ammonkarbonat und Ammonsulfid enthaltenden Gaswässer meistens gleichzeitig Phenolen enthalten, die bei dem Abtreiben des Ammoniaks und Schwefelwasserstoffs mit den Dämpfen übergehen und in die Trennflüssigkeit gelangen. Da die Trennflüssigkeit aber selbst aus Phenolen und deren Homologen besteht, so tritt nicht eine Verschmutzung der Trennflüssigkeit ein, sondern es findet eine Anreicherung statt, so daß die mit übergehenden Phenole sogar gewonnen werden können.

Nachdem einige Korrosionsuntersuchungen über die Haltbarkeit der Metalle durchgeführt waren - bei denen sich laut Tabelle Seite 11 Eisen als gut brauchbar zeigte - wurde eine Apparatur aus Eisen gebaut. Die Apparatur geht aus der beiliegenden Abbildung 2 (Seite 7) hervor. Konzentriertes - Ammoniak, Schwefelwasserstoff und Kohlensäure enthaltendes Wasser kommt durch Leitung (1) und wird in dem Dephlegmator (2) vorgewärmt und gelangt über Pumpe (3) und Wärmetauscher (4) auf den Abtreiber (5). In diesen wird bei (6) direkter Dampf eingeblasen, wodurch Ammoniak, Schwefelwasserstoff und Kohlensäure aus dem Wasser abgetrieben werden. Die Dämpfe werden in dem Kühler (2) unter Vorwärmung des konzentrierten Ammoniakwassers, und in Kühler (7) mittels Wasser bis auf etwa 60 °C gekühlt. Das hierbei anfallende Kondensat wird durch Leitung (8) vor der Pumpe (3) in das zu verarbeitende Rohwasser eingeführt. Die Dämpfe gelangen mit etwa 80 °C durch Leitung (9) in den unteren Teil der Trennkolonne (10). Die Trennkolonne (10) wird durch Leitung (11) mit der Trennflüssigkeit befüllt. Das Ammoniak wird beim Herabrieseln des Phenols in der Trennkolonne (10) gebunden, während der Schwefelwasserstoff und die Kohlensäure durch die Leitung (12) entweichen. Das Ammoniak bindet sich als

Zahlentafel 1.

Trennung von Ammoniak und Schwefelwasserstoff

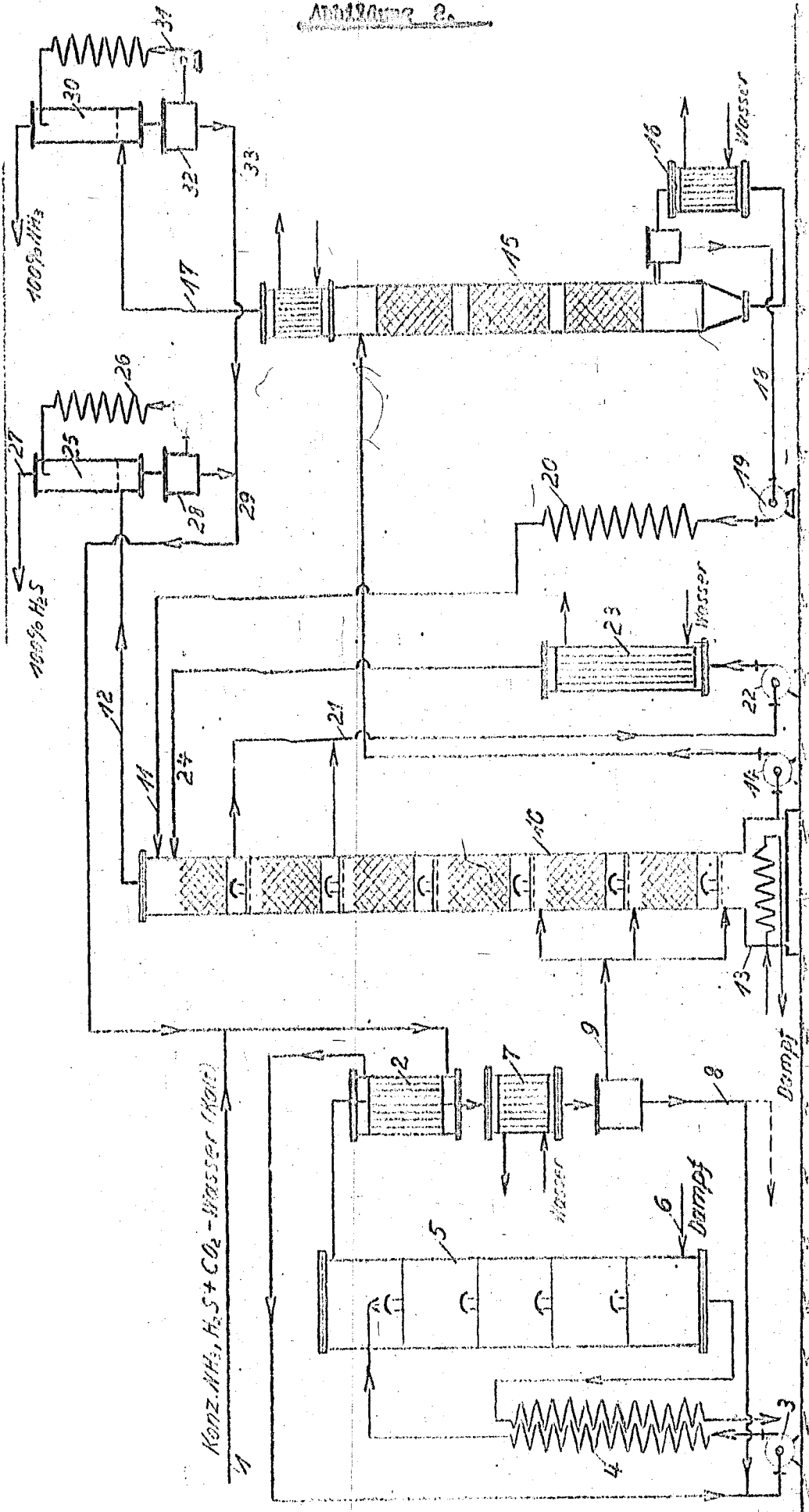
aus Ammonsulfid.

Datum	Angewandte Trennlösung	Verhältnis NH ₃ : Trennlg. Mol/Mol	8. Ausgangslösung		% NH ₃ + H ₂ S		Kolonne III	
			NH ₃	H ₂ S	NH ₃	H ₂ S	NH ₃	H ₂ S
3. 1.38	Phenollösung 50 %ig	1 : 1,8	100	100	51,3	97,2	48,7	2,8
5. 1.38	do.	1 : 2,7	100	100	4,6	79,5	95,4	20,5
3. 12.38	"	1 : 3,4	100	100	6,6	93,6	93,4	6,4
4. 1.38	"	1 : 3,4	100	100	20,3	93,9	79,7	6,1
6. 1.38	"	1 : 3,4	100	100	8,3	69,8	91,7	30,2
22. 1.38	"	1 : 4,8	100	100	14,0	96,9	86,0	3,1
14. 1.38	"	1 : 4,9	100	100	32,2	97,0	67,8	3,0
17. 1.38	"	1 : 5,1	100	100	3,0	93,8	97,0	6,2
19. 1.38	"	1 : 5,2	100	100	0,1	96,3	99,9	3,7
16. 1.38	"	1 : 5,2	100	100	0,1	96,7	99,9	3,3
13. 1.38	"	1 : 5,3	100	100	0,0	88,5	100,0	11,5
19. 1.38	"	1 : 5,4	100	100	23,7	82,9	76,3	10,1
15. 1.38	"	1 : 5,5	100	100	10,5	92,5	89,5	7,5
7. 1.38	"	1 : 5,7	100	100	3,0	85,0	97,0	15,0
20. 1.38	"	1 : 6,1	100	100	0,1	79,0	99,9	21,0
11. 1.38	"	1 : 6,5	100	100	2,1	82,2	97,9	17,8
31.12.37	"	1 : 7,0	100	100	8,5	82,6	91,5	17,4
31.12.37	"	1 : 10,0	100	100	5,3	97,2	94,7	2,7
30.12.37	"	1 : 16,0	100	100	4,3	87,6	95,7	12,4
26.12.37	"	1 : 50,0	100	100	3,0	77,4	97,0	22,6
28.12.37	"	1 : 74,0	100	100	2,6	69,8	97,4	30,2
13.12.37	Phenollösung 100 %ig	1 : 1,0	100	100	62,2	94,4	37,8	5,6

Zahlentafel

Erzeugung von Ammoniak und Schwefelwasserstoff

Datum	Angewandte Trennlösung	Verhältnis NH ₃ : Trennfl. Mol/Mol	Ausgangslösung				%	
			Kolonno I NH ₃	H ₂ S	Kolonno II NH ₃	H ₂ S	Kolonno III NH ₃	H ₂ S
22.12.37	Triäthylentetramin 50 %ig	1 : 0,20	100	100	42,5	26,5	57,5	73,5
24.12.37	do.	1 : 0,55	100	100	50,4	18,5	49,6	31,4
21. 1.38	do. 100 %ig	1 : 2,1	100	100	99,4	21,1	0,6	78,9
10. 2.38	95 g Triäthylentetramin 100 %ig + 30 g Xylenol	1 : 2,3	100	100	97,9	49,5	2,1	50,1
21.12.37	Dibthanolamin 50 %ig	1 : 0,54	100	100	22,7	23,9	77,5	76,1
20.12.37	Dibthanolamin 80 %ig	1 : 0,55	100	100	59,5	38,9	60,5	61,1
21.12.37	Monethanolamin 30 %ig	1 : 0,50	100	100	31,0	31,3	66,0	64,6
30.12.37	Monethanolamin 100 %ig	1 : 1,9	100	100	64,7	77,0	15,3	23,0
29.12.37	Monethanolamin 100 %ig	1 : 2,8	100	100	82,2	33,3	17,8	66,7
27.12.37	Diaminopropanol 24,5 %ig	1 : 1	100	100	57,5	29,9	42,5	70,1
5. 1.38	Diaminopropanol 98 %ig	1 : 1	100	100	97,2	44,0	2,8	56,0
7.12.37	Dil.-Lauge D 1.160 30 %ig	1 : 0,72	100	100	55,3	31,0	44,7	69,0
17. 5.38	Methylalanin 45 %ig	1 : 9,3	100	100	0,0	80,0	100,0	20,0
19. 5.38	Methylalanin 45 %ig	1 : 9,4	100	100	1,0	78,9	99,0	21,1
17. 5.38	Methylalanin 45 %ig	1 : 10,4	100	100	2,4	79,5	97,6	20,5
24. 1.38	Methylglykokoll 50 %ig	1 : 2,1	100	100	53,2	89,6	46,8	10,4
13.12.37	Methylglykokoll 50 %ig	1 : 2,5	100	100	19,4	74,3	80,6	25,7
20. 5.38	Glykokoll 17 %ig	1 : 3,4	100	100	3,0	61,5	97,0	38,5
20.55.38	Glykokoll 17 %ig	1 : 5,8	100	100	2,5	55,8	97,5	44,2
22.12.37	Hydrochinon 30 %ig	1 : 0,5	100	100	31,4	72,6	66,6	27,4
22.12.37	Hydrochinon 30 %ig	1 : 1,0	100	100	19,0	73,5	81,0	26,5
7.12.37	Natriumphosphat primär 45 %ig	1 : 0,68	100	100	95,0	99,6	4,2	0,2
6.12.37	Natriumphosphat sekundär 19 %ig	1 : 2,78	100	100	100,0	95,6	0,0	4,4



Konz. NH₃, H₂S + CO₂ - Wasser (Kalt)

Abb. 2. Anlage zur Trennung v. NH₃ u. H₂S bezw. CO₂

17 24.8.38

Ammoniumphenolat und sammelt sich in dem Sumpf (13), der auf etwa 60 - 70 °C gehalten wird. Mittels Pumpe (14) wird nun die Lösung auf den Turm (15) gedrückt, und hier wird die Ammoniumphenolatlösung auf etwa 100 °C in dem Kocher (16) erhitzt, wobei das Ammoniak durch Leitung (17) entweicht. Die abgetriebene Lösung wird durch Leitung (18) mittels Pumpe (19) durch den Kühler (20) gedrückt und gelangt durch Leitung (11) wieder auf die Trennsäule (10). Es hat sich als zweckmäßig herausgestellt, einen Teil der Trennflüssigkeit durch die Leitung (21) mittels Pumpe (22) durch den Kühler (23) und durch Leitung (24) in Kreislauf zu führen und hierbei die Trennflüssigkeit in dem Kühler (23) abzukühlen. Das durch Leitung (12) entweichende Schwefelwasserstoff-Kohlensäure-Gemisch wird in einem Nachwäscher (25) mit Wasser berieselt, wobei das im Gas befindliche Ammoniak absorbiert wird; gleichzeitig wird das Gasgemisch durch Kühler (26) abgekühlt. Das reine H_2S bzw. CO_2 oder deren Gemische verlassen den Kühler bei (27). Das ausgewaschene Ammoniak reichert sich in dem Wasser an und wird von Zeit zu Zeit aus dem Behälter (28) durch Leitung (29) dem konzentrierten Roh-Ammoniakwasser zugeführt. Die in der Kolonne (15) abgetriebene Ammoniakmenge gelangt durch Leitung (17) in den Wäscher (30) und wird hier ebenfalls in einer ungepumpten wässrigen Lösung von Ammoniak, die in dem Kühler (31) gekühlt wird, von den letzten Spuren Schwefelwasserstoff und Kohlensäure befreit. Der Schwefelwasserstoff und die Kohlensäure werden in dem Behälter (32) gesammelt und durch Leitung (33) ebenfalls dem konzentrierten Ammoniakwasser zugeführt. Mit einer derartigen Apparatur wurden etwa 10 Ltr./Std. konzentriertes Ammoniakwasser verarbeitet, wobei die Trennung auf Schwefelwasserstoff und Kohlensäure zu etwa 99 % gelang.

Für die Anwendung des Verfahrens kommen drei Möglichkeiten in Frage :

1). Trennung von Ammoniak, Kohlensäure und Schwefelwasserstoff enthaltenden Wässern durch Abtreiben derselben und Zerlegen der Dämpfe in Ammoniak einerseits und Schwefelwasserstoff bzw. Kohlensäure andererseits. Dieses Verfahren könnte Anwendung finden zur Ausarbeitung der Hydrierabwässer bzw. Gaswässer von

Kokereien und Gaswerken.

2). Das von Schwefelwasserstoff und Kohlensäure abgetrennte Ammoniak kann in die von CO_2 und H_2S gereinigten Gase zurückgeführt werden, wobei diese unter Bildung von Ammonkarbonat- und Ammonsulfidlösungen ausgewaschen werden. Durch Trennung der Kohlensäure und des Schwefelwasserstoffs von dem Ammoniak und Rückführung des letzteren, kann auf diesem Wege ein Gasreinigungsverfahren durchgeführt werden.

3). Ammoniakhaltige Gase, die von Schwefelwasserstoff und Kohlensäure befreit werden sollen, werden mit Wasser ausgewaschen. Aus den hierbei anfallenden Wässern wird nach dem vorliegenden Verfahren das Ammoniak und der Schwefelwasserstoff bzw. Kohlensäure gewonnen.

Die Gewinnung von Ammoniak und Kohlensäure bzw. Schwefelwasserstoff aus konzentrierten Ammoniakwässern.

In der oben beschriebenen Apparatur wurden nun Versuche zur getrennten Gewinnung von Ammoniak und Kohlensäure bzw. Schwefelwasserstoff aus konzentriertem Gaswasser durchgeführt. Hierbei wurde zunächst Gaswasser mit 10 - 20 g NH_3 , und später konzentriertes Wasser mit 150 - 200 g NH_3 /Ltr. durchgeführt. Die Leistung der Anlage war so eingestellt, daß sowohl bei dem verdünnten als auch bei dem konzentrierten Gaswasser jeweils etwa 5 - 6 cbm NH_3 /Stunde bezogen auf gasförmigen Zustand zur Anwendung gelangten. Der Durchsatz an konzentriertem Wasser beträgt etwa 15 - 25 Ltr./Stunde.

Das Wasser wird mittels Dampf vollkommen von Ammoniak angetrieben und die übergelassenen, Ammoniak, Schwefelwasserstoff und Kohlensäure enthaltenden Dämpfe werden von den mitgeführten Wasserdämpfen durch Kühler auf etwa 80°C niedergeschlagen. Das niedergeschlagene Wasser, das nun Ammoniak, Schwefelwasserstoff und Kohlensäure enthält, wird in das Rohwasser zurückgeführt und von neuem angetrieben.

Die Dämpfe gelangen nun in die Trennkolonne für Schwefelwasserstoff und Kohlensäure ; diese wurde mit etwa 40 Liter Phenollauge pro Stunde berieselt. Die Lauge tritt mit etwa 25 °C oben in die Kolonne ein, das Ammoniak wird von dem Phenol gebunden und die Ammoniumphenolatlauge sammelt sich in dem unteren Teil der Kolonne, wo eine Temperatur von 70 °C aufrecht erhalten wird. Die Einhaltung einer genauen Temperatur ist notwendig, damit die Kohlensäure und der Schwefelwasserstoff möglichst weitgehend abgetrieben sind und nicht in den Sumpf gelangen, da sonst das Ammonkarbonat bzw. Ammonsulfid mit der Phenolatlauge auf den Turm gedrückt würde, wobei beim Erhitzen in der Abtreibekolonne die Kohlensäure und der Schwefelwasserstoff mit in das Ammoniak gelangen und dieses verunreinigen würde. In der H₂S-CO₂-Kolonne muß eine von oben nach unten steigende Temperatur von 25 - 70 °C aufrechterhalten werden. Sobald in dem mittleren Teil der Kolonne die Temperatur ansteigt, wird die Phenolatlauge durch einen dazwischengeschalteten Kühler gekühlt; in diesem Kühlkreislauf befinden sich 75 Ltr. Phenol/Stunde. Das aus der Trennsäule abgehende Schwefelwasserstoff-Kohlensäuregemisch enthält nur noch 1 - 3 % Ammoniak, manchmal wurde auch eine Reinigung bis auf 0,1 - 0,2 % erzielt. Das aus der Ammoniak-Trennsäule abgetriebene Ammoniak war etwa 95 bis 98 %ig und enthält noch 2 - 5 % Schwefelwasserstoff und Kohlensäure. Dieses Gasgemisch wurde in der Nachwäsche ebenfalls auf einen Ammoniakgehalt von 98 bis 99 % gebracht. Um aus dem getrennten Schwefelwasserstoff/Kohlensäure-Gemisch Ammoniak abzutrennen, braucht die Nachwäsche kaum in Betrieb zu sein, da die Trennung in der Säule bereits 98 - 99 %ig ist. In der Nachwäsche wurde der jeweilig verunreinigte Anteil, der bei der H₂S- und CO₂-Trennsäule aus Ammoniak und in der NH₃-Trennsäule aus Schwefelwasserstoff und Kohlensäure besteht, mittels Wasser ausgewaschen und die sich hierbei bildenden Ammonkarbonat- Ammonsulfidlösungen wurden dem Rohwasser zugeführt, so daß eine vollständige Aufarbeitung des aus der Anlage kommenden Ammoniaks bzw. Kohlensäure und Schwefelwasserstoffs

stattfind. Einige Versuchsergebnisse sind in der auf Seite 12 befindlichen Tabelle zusammengestellt.

Wie aus der Zahlentafel hervorgeht, gelingt die Zerlegung zu 98 - 99%, wobei auf je 1 cbm Trennflüssigkeit etwa 100 - 150 cbm Ammoniak abgetrennt werden. Diese Feststellung ist deshalb von besonderem Wert, weil hiervon der Dampfverbrauch und die Wirtschaftlichkeit des Verfahrens abhängen, worauf später noch eingegangen wird.

Während der Versuchszeit waren an den verschiedenen Stellen der Anlage Korrosionsproben eingehängt, deren Ergebnisse in der nachstehenden Zahlentafel zusammengestellt sind.

Bezeichnung des Metalls	Lösung	Metallangriff				NH ₃ -Trennkolonne	
		Rundkolben Rückflußkühler, mm/Jahr	H ₂ S-+CO ₂ -Trennkolonne oben unten mm/Jahr mm/Jahr		oben mm/Jahr	unten mm/Jahr	
Aluminium	Phenollösung 50 %ig	0,1395	-	-	-	-	
Guß Eisen		0,4815	-	-	-	-	
Schmiedeeisen		0,258	-	-	-	-	
V ₂ A		0,0706	-	-	-	-	
Sicromal		0,0544	-	-	-	-	
N5		0,0808	-	-	-	-	
N6		0,0762	-	-	-	-	
Kesselblock	Rohphenol 100 %ig	-	2,330	0,033	0,055	0,316	
Guß Eisen		-	1,670	0,001	0,080	0,575	
N6		-	0,675	0,013	0,015	0,027	
V ₂ A Supra		-	0,019	+0,10	0,011	+0,02	+ mg/cm ²
Sicromal 10		-	0,022	+0,17	0,000	+0,01	+ mg/cm ²
Aluminium		-	+0,03	0,085	0,118	0,119	+ mg/cm ²

Hiernach hält in den meisten Teilen Eisen; bei den Erhitzerschlangen und Teilen, die mit den heißen Lösungen in Berührung kommen, muß V₂A oder Sicromal verwendet werden, während die Teile, in denen ammoniak- und schwefelwasserstoffhaltige Dämpfe auftreten, Aluminium genommen werden muß.

Trennung von Ammonkarbonatlaufe in Ammonkarbonat und Kohlensäure.
Halbtechnische Versuchsanlage.

Datum	Vers.- Dauer Std.	Angewandt		Abtreibe- kolonne		H ₂ S-CO ₂ -Kolonne		NH ₃ -Kolonne		Phenol- berlei- ung 1/h							
		NH ₃ - Wasser 1/h	darin enthalten H ₂ S m ³ /h	Ab- trei- ber °C	Ab- trei- ber Kühler Ausg. °C	Ab- trei- ber °C	unter- er Schub °C	ober- er Schub °C	Ab- trei- ber °C		Kühler Aus- gang °C	H ₂ S % CO ₂ % NH ₃ %					
22.2.	2 1/2	-	-	100	-	91	23	-	99,8	0,2	100	21	-	1,3	98,7	20	
22.2.	7 1/2	-	-	99	-	85	24	-	99,7	0,3	105	56	-	0,4	99,6	20	
23.2.	4	-	-	100	-	66	48	-	99,7	0,3	112	60	-	-	-	20	
24.2.	4	-	-	100	-	87	32	-	-	-	108	78	-	1,1	98,9	20	
25.4.	2	-	-	96	-	78	30	-	99,7	0,3	106	57	-	1,6	98,4	20	
3.3.	1	-	-	93	-	65	29	-	99,9	0,1	111	49	-	0,6	99,4	20	
4.3.	2 1/2	-	-	93	-	63	28	-	99,7	0,1	107	34	-	0,02	99,98	20	
14.3.	8	15	0,32	78	51	60	34	16,97	81,0	0,03	102	62	0,0	1,6	98,4	20	
16.3.	2	10	0,21	75	55	66	31	-	-	-	102	64	0,0	-	100,0	20	
Trennung von konzentrierten Gaswasser in Ammoniak, Schwefelwasserstoff und Kohlensäure.																	
2.5.	197,5	22	5,93	0,34	2,1	92	53	86	-	15,0	84,3	0,7	98	0,2	6,2	93,6	30
7.5.	140	22	5,93	0,34	2,1	99	62	82	-	23,9	75,9	0,2	102	0,2	4,2	95,6	40
7.6.	148	22	5,93	0,34	2,1	100	63	71	-	23,4	76,4	0,2	100	0,7	2,2	97,1	40
14.5.	121,5	19,5	4,86	0,32	2,16	98	44	70	-	2,9	90,0	0,1	104	0,2	0,0	99,8	40
14.5.	121	19,5	4,86	0,32	2,18	98	53	67	-	15,8	84,0	0,2	102	0,3	0,0	99,7	40
15.5.	137	20,5	5,48	0,35	2,46	96	66	65	-	99,6	0,4	-	102	0,0	2,4	97,6	40
15.5.	137	20,5	5,48	0,35	2,46	97	59	72	-	9,3	90,4	0,3	104	0,2	2,2	97,6	40
16.5.	137	20,5	5,49	0,35	2,38	98	60	60	-	99,7	0,3	-	98	0,9	2,7	96,4	40
16.5.	137	22	5,49	0,33	2,38	97	62	68	-	12,6	87,2	0,2	102	0,4	4,3	95,3	40

Verhältnis
NH₃
100 :
NH₂
100 :
NH₂
100 :
NH₂
100 :

Zusammenfassung.

In der Technik fallen bei der Gasreinigung sogenannte Gaswässer an, die Ammoniak, Schwefelwasserstoff und Kohlensäure enthalten. Es besteht ein gewisses Bedürfnis, aus solchen Wässern Ammoniak und Schwefelwasserstoff bzw. Kohlensäure getrennt voneinander zu gewinnen.

Es wurde ein neues Verfahren ausgearbeitet, das darin besteht, das Ammoniak durch schwache Säuren zunächst aus den bei der Abtreibung der Wässer entstehenden Dämpfemisch zu binden, wobei der Schwefelwasserstoff bzw. die Kohlensäure getrennt vom Ammoniak abgesogen und gewonnen werden können. Hierauf wird das Ammoniak aus der aus den schwachen Säuren bestehenden Absorptionsflüssigkeit abgetrieben.

Als geeignete schwache Säuren haben sich Phenole und deren höhere Homologe gut bewährt. Es wurde eine halotechnische Versuchsanlage mit einem Durchsatz von etwa 20 Ltr. konzentrierten Gaswasser pro Stunde aufgestellt, wobei einerseits das Ammoniak und andererseits der Schwefelwasserstoff und die Kohlensäure in einer Reinheit von 97 - 98 % gewonnen wurden.

Um die Brauchbarkeit des Verfahrens zur Verarbeitung von Kokerei-Ammoniakwasser zu erproben, wurde eine kleine Anlage nach Hülse geschickt, wo von Herrn Dr. Mengdahl Versuche durchgeführt wurden, über die im zweiten Teil dieser Zusammenstellung berichtet wird.

II.

Anwendung des Verfahrens zur Abtrennung von
Gas- und Kokereiwasser, Trennen der übergehenden
Ammonsulfid bzw. Ammonkarbonat enthaltenden Dämpfe
in Ammoniak, Schwefelwasserstoff und Kohlensäure
und Verbrennung des Ammoniaks zu Stickoxyd.

Das im Kokereibetrieb anfallende Gaswasser enthält das Ammoniak zum größten Teil als Karbonat und Sulfid gebunden neben freiem Ammoniak. Beim Abtreiben dieses Gaswassers und Kondensation der Abtreiberdämpfe kann ein ca. 20 % NH₃ enthaltendes Kondensat erhalten werden, das jedoch gleichfalls die mitausgetriebenen Mengen CO₂ und H₂S enthält, sodaß dieses Wasser für viele Zwecke (z.B. Salpetersäureherstellung) nicht verwendbar ist. Genau so verhält es sich mit dem bei dem indirekten Verfahren gewonnenen Starkwasser.

Der Zweck der folgenden Versuche war, das von Herrn Dr. Böhr in Leuna entwickelte Verfahren zur Trennung von Ammonkarbonat-Sulfid-Gemischen in Ammoniak einerseits und Schwefelwasserstoff-Kohlendioxyd andererseits auf seine Eignung zur Trennung für die im Kokereibetrieb und besonders bei dem Alkazid-Verfahren anfallenden Gemische zu untersuchen.

Prinzip:

Das Prinzip des Verfahrens besteht darin, daß die NH₃, H₂S u. CO₂ Dämpfe zunächst durch eine mit Raschigringen gefüllte Kolonne geleitet werden, die mit Xylenol bzw. Xylenol-Phenolgemischen berieselert wird. Hierbei wird das Ammoniak von der Berieselungsflüssigkeit gebunden, während CO₂ u. H₂S nicht gebunden werden und aus dem Oberteil der Kolonne austreten, sodaß sie zur Weiterverarbeitung abgeleitet werden können. Das mit NH₃ beladene Xylenol wird auf eine weitere Kolonne gepumpt in deren unterem Teil die Berieselungsflüssigkeit soweit erwärmt wird, daß das NH₃ wieder ausgetrieben wird. Hierbei wird die Trennung in einerseits H₂S/CO₂ und andererseits NH₃ erreicht.

Apparatur.

Die Anordnung der Apparatur geht aus Skizze I hervor.

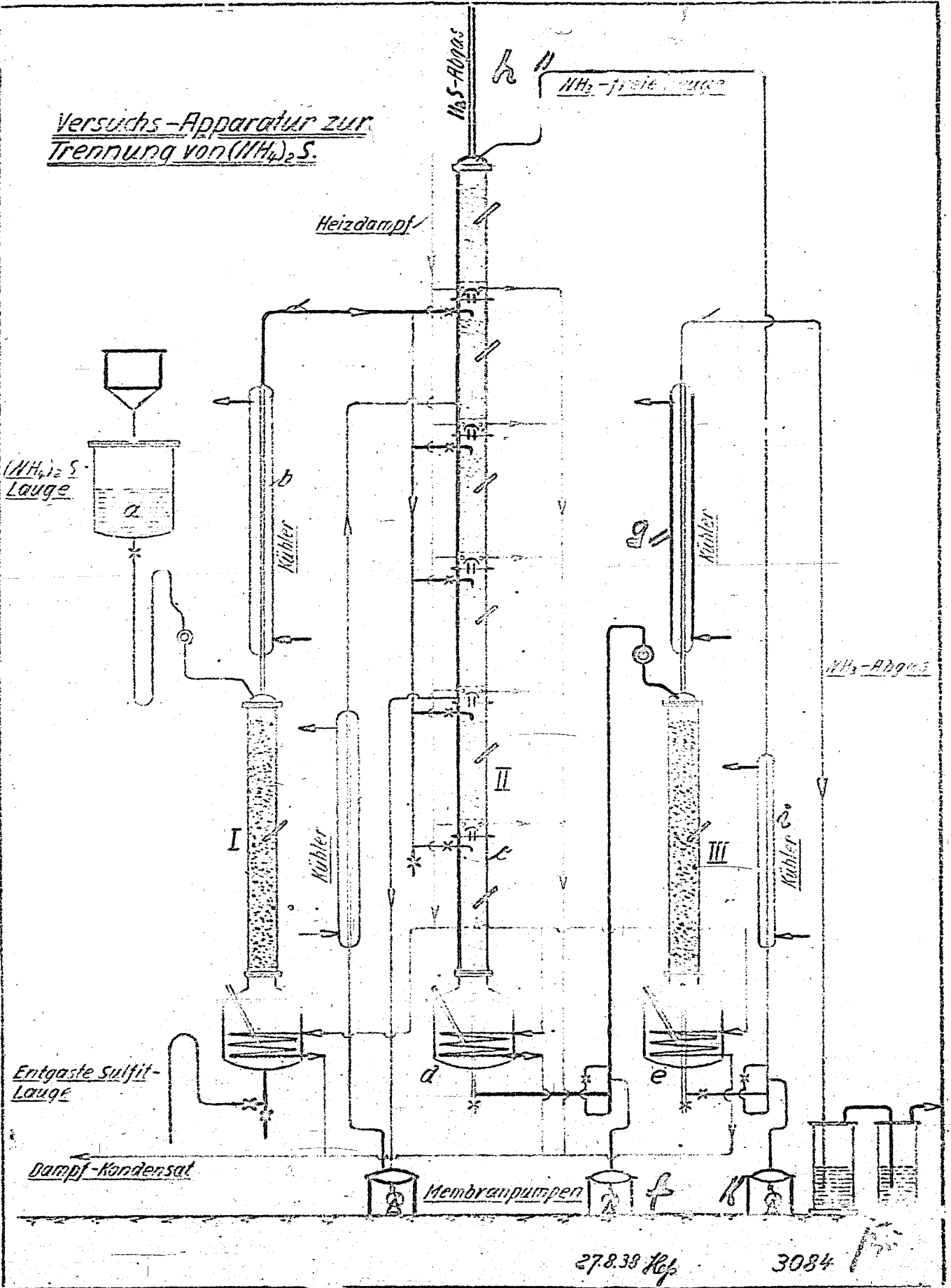
Das, Ammoniak, Schwefelwasserstoff und Kohlensäure enthaltende Starkwasser läuft aus dem Behälter (a) in den Abtreiber I, der mit indirektem Dampf geheizt wird. Die abgetriebenen Dämpfe werden in einem Kühler (b) bis auf ca. 60 °C gekühlt und gelangen dann in die Trennsäule II in den unteren Schuß bei (c). Die Trennsäule besteht aus mehreren Schüssen mit dazugehörigen Flüssigkeitsverteilern und kann in darunter befindlichen Sumpfe (d) geheizt werden. Um zu vermeiden, daß Schwefelwasserstoff bzw. Kohlendioxyd in die NH_3 -Trennsäule übergerissen wird, wird die Temperatur im Sumpf zwischen 65 bis 75 °C gehalten. Die Schwefelwasserstoff/Kohlensäure-Abgase verlassen die Trennsäule im oberen Schuß bei Leitung (h).

Die von der Trennsäule II ablaufende Berieselungsflüssigkeit wird mittels einer kleinen Pumpe (f) auf die Ammoniak-Trennsäule III gedrückt, die wesentlich niedriger gehalten ist und gleichfalls im Sumpf (e) mittels indirektem Dampf geheizt wird. Die Temperatur wird hier zweckmäßig bei ca. 100 °C gehalten, wobei das Ammoniak weitgehend abgetrieben wird. Die NH_3 -Dämpfe werden durch einen Kühler (g) geleitet und abgeführt. Die von Ammoniak abgetriebene Berieselungsflüssigkeit wird mittels einer Pumpe (h) durch einen Kühler (i) wieder auf die Trennsäule II für Schwefelwasserstoff bzw. Kohlensäure gedrückt, so daß die Berieselungsflüssigkeit (Xylonol) einen Kreislauf durch beide Trennsäulen (II und III) macht.

Die Versuchsanlage, die vollständig von Leuna geliefert war, konnte 10 Ltr. ca. 20 %iges Ammoniakwasser verarbeiten. Die Anlage war von 25. März bis zum 13. Juni 1938 in Betrieb.

Die Versuchsergebnisse sind in Tabelle I zusammengestellt.

Versuchs-Apparatur zur
Trennung von $(\text{NH}_4)_2\text{S}$.



278.38 Kp

3084

Das bis zum 17. Mai verwendete Ammoniakwasser war nach dem Alkali-
Verfahren für Kokoroigan gewonnen und enthält nur sehr geringe Mengen von
Kohlensäure. Dabei konnte das NH_3 praktisch vollkommen bei 98°C nitsamt dem
 H_2S angetrieben werden. Vom 17. Mai ab enthielt das Ammoniakwasser neben H_2S
größere Mengen CO_2 , wobei es nicht mehr gelang bei der vorgelegten Temperatur von
 98°C das NH_3 restlos abzutreiben. Die Temperatur hätte erhöht werden müssen,
was jedoch nicht gemacht wurde, da sich, wie ein Versuch zeigte, das Kondensat
in dem kleinen Kühler steute und stoßweise übergerissen wurde, wodurch zu
große Wassermengen in die Trennflüssigkeit gelangt wären. Es wurde deshalb bei
der gleichen Temperatur weitergefahren.

Die die $\text{H}_2\text{S}/\text{CO}_2$ -Trennsäule verlassenden Gase enthielten in Durchschnitt
noch $0,8\%$ NH_3 . Es wurde hierbei lediglich das $\text{H}_2\text{S}-\text{NH}_3$ Verhältnis bestimmt.
Das CO_2 wurde nicht berücksichtigt, sodaß auf $\text{H}_2\text{S} - \text{CO}_2$ bezogen der Prozentge-
halt an NH_3 sich noch erniedrigen würde.

Als günstigste Temperaturen erwiesen sich im geheizten Sumpfe ca. 75°C
und am Gasaustritt ca. 30°C . Die Temperatur soll dabei von unten nach oben
in den einzelnen Schüssen fallen.

In der NH_3 -Trennsäule genügte im Sumpf eine Temperatur von 98°C ,
um das Ammoniak weitgehend auszutreiben. Das hier entweichende Gas enthielt
neben $98,6\%$ NH_3 im Mittel noch $1,4\%$ H_2S .

Die Aufladung des Xylenols vor der Trennkolonne für NH_3 (Kolonne III)
betrug im Mittel $58,17\text{ gr/l}$ und nach der Kolonne $9,5\text{ gr NH}_3/\text{l}$.

Versuche, Xylenol-Verluste festzustellen, scheiterten bei der Kleinheit
der Anlage daran, daß die Verluste an Xylenol hauptsächlich durch geringe Un-
dichtigkeiten an den Pumpen verursacht wurden, gegenüber denen die übrigen Ver-
luste sehr klein sind.

Ebenso war es nicht möglich den Dampfverbrauch zu messen, da der
Dampf am Ende einer sehr langen Leitung entnommen werden mußte und große

Kondenswassermengen mitbrachte, die vor der Anlage abgeschieden wurden. Bei der Kleinheit der Anlage war der Dampfverbrauch wahrscheinlich durch Verluste in den kleinen Zuleitungen etc. größer als der Verbrauch zur Erwärmung der Lösungen. Dampfmessungen in kleinen Versuchsanlagen sind erfahrungsgemäß auch zwecklos.

Allgemeines.

Die Anlage ließ sich gut fahren. Die Temperaturen konnte gut gehalten werden. Da die kleinen Leitungen für den H_2S/CO_2 - Austritt und NH_3 -Abgang nicht geheizt waren, traten einigemal Verstopfungen in diesen Leitungen verursacht durch Ammoncarbonat u. Ammonsulfid auf, die leicht und schnell beseitigt werden konnten.

Verhalten des Xylenols.

Um festzustellen, ob das Xylenol durch die abwechselnde Erhitzung und Abkühlung irgendwelche Veränderungen erleidet, wurden an einigen Tagen Siedeanalysen gemacht. Wie aus nachstehender Tabelle ersichtlich, war keine Beeinflussung feststellbar.

Datum	angewandt ccm	überdestilliert bis			Rückstand g	
		100 °C ccm	190 °C ccm	190-220 °C ccm		
5. 4.	100	1,0	7,8	89,0	2,2	Xylenol aus dem
6. 4.	100	1,5	4,4	92,0	2,1	Faß.
18. 5.	100	2,0	4,8	91,0	2,2	(Original)
6. 4.	100	4,0	7,3	86,0	2,7	Aus der Versuchsanl.
12. 4.	100	2,0	6,5	89,0	2,5	<u>kein</u> Xylenol nachge-
22. 4.	100	1,5	5,5	91,0	2,0	füllt.
18. 5.	100	2,0	4,8	91,0	2,2	Aus der Versuchsanl.
8. 6.	100	1,8	6,2	90,0	2,0	<u>etwas</u> Xylenol nach-
						gefüllt.

Das frische Xylenol hatte ohne gelbliche Färbung, während das Xylenol welches in der Anlage war braunschwarz gefärbt war.

Verhalten des Materials.

Die Apparatur war vollständig aus Eisen angefertigt. Nach dreimonatigen Betrieb war die Dampfschlange in der Kolonne I (Gaswasser-Abtreibensäule) stark korrodiert. Ebenso war der Gaswassereinzulauf und die Wandungen im ganzen zum Teil weniger, zum Teil stärker angegriffen. Dies war zu erwarten, da bekannterweise Eisen von Gaswasser - insbesondere in heißem Zustande - stark angegriffen wird.

Die Kolonne II (CO_2 u. H_2S -Trennsäule) zeigte an den Wandungen keinen Angriff. Die Dampfschlange im Sumpf war im ganzen gleichmäßig schwach angegriffen.

Kolonne III (NH_3 -Trennsäule) zeigte in der Dampfschlange an einigen Stellen nach zweimonatigen Betrieb Lochfraß, besonders an den Schweißstellen. Die Schlange wurde durch eine Aluminiumschlange ersetzt, die nach einmonatiger Betriebszeit an verschiedenen Stellen punktweise Korrosion zeigte. Den eisernen Wandungen war nichts anzusehen.

Zur weiteren Prüfung des Verhaltens bzgl. Korrosion waren an den verschiedenen Stellen der Anlage Materialproben eingebaut, die uns von der Materialprüfungsabtlg. Leuna zur Verfügung gestellt waren und von dort untersucht wurden. Die Ergebnisse gehen aus folgender Zusammenstellung hervor:

Angriffsfehler in mm/Jahr Abnahme.

Material	Nr.	Versuchszeit 24.5.38 bis 13.6.38.		Versuchszeit 8.5.38 - 14.6.38.				26 Tage Versuchszeit			
		Kolonne I Kocher	Gas- raum	Kolonne II Kocher	Gas- raum	Kolonne III Kocher	Gas- raum	Kolonne II Kocher	Gas- raum	Kolonne III Kocher	Gas- raum
Kesselblech	K.727	1,284	0,693	0,424	0,054	0,072	0,057	0,040	0,027	2,500	0,079
Gusseisen	K.208	1,418	0,310	0,081	0,068	0,054	0,122	0,011	0,031	2,770	0,099
N 6	K.716	1,022	0,213	0,099	0,455	0,033	0,083	0,032	0,006	0,700	0,054
V ₂ A supra	K.722	0,176	0,000	0,002	0,004	0,000	0,002	0,05	0,10	0,005	0,000
Sicromal 10	K.740	0,800	0,000	0,012	0,017	0,002	0,0006	0,12	0,40	1,820	0,000
Al 99,5 %ig	K.137	0,087	0,000	0,037	0,019	0,005	0,003	0,035	0,019	0,043	0,216

x = mechanische Abnutzung durch Schlagen der Proben.

- + = Gewichtsabnahme bzw. Zunahme pr. Jahr.

Hiernach eignen sich am besten für Kolonne I = Gaswasserabtreiber

99,5 %iges Aluminium und Sicromal.

Für Kolonne II = H₂S/CO₂- Trennsäule

V₂A supra, Sicromal 10, Aluminium 99,5 %ig.

Für Kolonne III = NH₃- Trennsäule

V₂A supra, Aluminium 99,5 %ig.

Jedoch ist auch die Abnahme bei Kesselblech, Gusseisen und N 6 im Kocher gleich falls gering.

Versuche über die Verbrennung von Gaswasser-NH₃ zu Salpetersäure.

Um festzustellen, ob Schädigungen der Platinkontakte bei der Verbrennung von Gaswasser-Ammoniak zu Salpetersäure auftreten, wurde einmal aus Gaswasser abgetriebenes Ammoniak, welches mittels Raseneisens von H₂S befreit war und später das aus der Trennanlage kommende Ammoniak zu Salpetersäure verbrannt.

Die Apparatur für die Verbrennung war die für Laborversuche übliche, dergleichen die Analysen.

Konzentriertes Gaswasser (14 bis 20 %ig) wurde in einem Glaskolben mit Aufsatz abgetrieben. Die abgetriebenen Dämpfe wurden durch zwei Flaschen mit Raseneisens geleitet und gelangten dann in die mit Raschiringen beschickte Mischflasche, zu der Luft zugegeben wurde. Es wurden 80 l Ammoniak mit 720 l Luft gemischt und dann über den Kontakt geleitet.

Die Ausbeuten gehen aus dem Kurvenblatt hervor (Zeit 14. 7. 37 - 13. 3. 38) und betragen im Mittel 98 %.

Vom 27. März 38 an wurde das NH₃-Gas der Versuchsanlage entnommen. Das aus der Kolonne III (NH₃-Trennkolonne) abgehende NH₃ wurde zunächst durch einen kleinen Wascher geleitet der mit Ammoniakwasser berieselt wurde, (15 l Berieselung p. h.) , d. h. es wurde zunächst Wasser verwendet, welches sich selbst mit dem abgehenden NH₃ sättigte. Es wurde laufend eine geringe Menge des gesättigten Wassers abgezogen und zurück in die Gaswasserabtreiber gegeben, die abgezogene Menge NH₃-Wasser wurde durch Frischwasser ergänzt (ca 3 - 4 ltr/Tag). Hierdurch wurde ein Teil des mit dem NH₃ mitgehenden H₂S entfernt und ebenso ein Teil der mitgerissenen Phenole; und der Trennanlage wieder zugeführt.

Von hier aus wurde das NH₃ in einen Gasmeter (400 Ltr. Inhalt) geleitet, von wo aus es durch einen mit Raseneisens beschickten Behälter mit Hilfe eines kleinen Gebläses an der Verbrennungsanlage gedrückt wurde.

1. wurde das NH₃-Gas ohne weitere zusätzliche Reinigung direkt in den Verbrennungssofen geleitet.

wurde das Gas noch durch zwei mit NaOH beschickte Waschflaschen geleitet und gelangte in einen zweiten Verbrennungssofen. Es wurden wie vorher jeweils 80 Ltr. NH_3 /h und 720 Ltr. Luft/h angewendet. Die Ofentemperaturen schwankten zwischen 640 bis 720 °C und betrug im Mittel 700 °C.

Hierbei wurde für das mit NaOH behandelte NH_3 -Gas dasselbe Platinnetz verwendet, welches bei den Versuchen vom 14. 12. 37 bis 13. 6. 38 gebraucht worden war. Für das nicht mit NaOH behandelte Gas war ein neues Platinnetz verwendet worden.

In beiden Fällen betrug die Ausbeute im Mittel 98 %.

In dem nicht mit NaOH vorbehandelten Ammoniakgas wurden direkt vor der Luftzumischung in 1 m³ NH_3 -Gas einmal 0,023 g und einmal 0,015 g Phenol festgestellt. Eine Schädigung der Kontaktnetze war demnach nicht feststellbar. Nach Beendigung der Versuche wurden die Platinnetze nach Leuna zur Untersuchung gesandt.

Der Befund lautet:

„Über die zugesandten kleinen Platinnetze läßt sich nicht viel aussagen. Sie sind gleichmäßig und normal aktiviert und sehr weit heruntergearbeitet. Im Betrieb kann man eine solche Gewichtsverminderung nicht zulassen. Der Gewichtsverlust der eigentlichen Nutzfläche ist nicht feststellbar, da
1. die Netze zu stark beschädigt sind (ein Netz wurde beim Ausbau beschädigt
2. das Verhältnis des ausgenützten Gewichtes zum Gesamtgewicht ungünstig ist.“

Salpeterfabrik.

gez. 2 Unterschriften

29. 6. 1938.

NH₃-Verbrennung (HNO₃)

Temp. 600 - 700°C

— Phenolfreies Gas

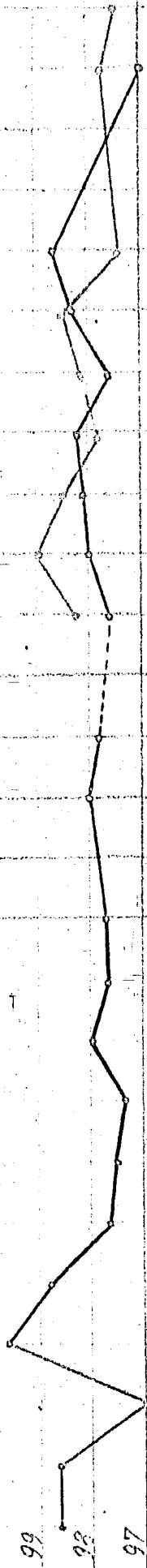
- - - Phenolhaltiges Gas

--- Ausser Betrieb

Am 29.3.38
Trennanlage eingeschaltet

Apr. 14.2.37 bis 14.3.38
Kleine Luf-Anlage (60%)

100% Ausbeute



Month	Day	Month	Day
Dezember 1937	21	April 1938	3
14	17	20	13
20	27	27	29
21	4	29	6
	11	6	13
	18	13	20
	25	20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14
		14	21
		21	28
		28	4
		4	11
		11	18
		18	25
		25	1
		1	8
		8	15
		15	22
		22	29
		29	5
		5	12
		12	19
		19	26
		26	2
		2	9
		9	16
		16	23
		23	30
		30	6
		6	13
		13	20
		20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14
		14	21
		21	28
		28	4
		4	11
		11	18
		18	25
		25	1
		1	8
		8	15
		15	22
		22	29
		29	5
		5	12
		12	19
		19	26
		26	2
		2	9
		9	16
		16	23
		23	30
		30	6
		6	13
		13	20
		20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14
		14	21
		21	28
		28	4
		4	11
		11	18
		18	25
		25	1
		1	8
		8	15
		15	22
		22	29
		29	5
		5	12
		12	19
		19	26
		26	2
		2	9
		9	16
		16	23
		23	30
		30	6
		6	13
		13	20
		20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14
		14	21
		21	28
		28	4
		4	11
		11	18
		18	25
		25	1
		1	8
		8	15
		15	22
		22	29
		29	5
		5	12
		12	19
		19	26
		26	2
		2	9
		9	16
		16	23
		23	30
		30	6
		6	13
		13	20
		20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14
		14	21
		21	28
		28	4
		4	11
		11	18
		18	25
		25	1
		1	8
		8	15
		15	22
		22	29
		29	5
		5	12
		12	19
		19	26
		26	2
		2	9
		9	16
		16	23
		23	30
		30	6
		6	13
		13	20
		20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14
		14	21
		21	28
		28	4
		4	11
		11	18
		18	25
		25	1
		1	8
		8	15
		15	22
		22	29
		29	5
		5	12
		12	19
		19	26
		26	2
		2	9
		9	16
		16	23
		23	30
		30	6
		6	13
		13	20
		20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14
		14	21
		21	28
		28	4
		4	11
		11	18
		18	25
		25	1
		1	8
		8	15
		15	22
		22	29
		29	5
		5	12
		12	19
		19	26
		26	2
		2	9
		9	16
		16	23
		23	30
		30	6
		6	13
		13	20
		20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14
		14	21
		21	28
		28	4
		4	11
		11	18
		18	25
		25	1
		1	8
		8	15
		15	22
		22	29
		29	5
		5	12
		12	19
		19	26
		26	2
		2	9
		9	16
		16	23
		23	30
		30	6
		6	13
		13	20
		20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14
		14	21
		21	28
		28	4
		4	11
		11	18
		18	25
		25	1
		1	8
		8	15
		15	22
		22	29
		29	5
		5	12
		12	19
		19	26
		26	2
		2	9
		9	16
		16	23
		23	30
		30	6
		6	13
		13	20
		20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14
		14	21
		21	28
		28	4
		4	11
		11	18
		18	25
		25	1
		1	8
		8	15
		15	22
		22	29
		29	5
		5	12
		12	19
		19	26
		26	2
		2	9
		9	16
		16	23
		23	30
		30	6
		6	13
		13	20
		20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14
		14	21
		21	28
		28	4
		4	11
		11	18
		18	25
		25	1
		1	8
		8	15
		15	22
		22	29
		29	5
		5	12
		12	19
		19	26
		26	2
		2	9
		9	16
		16	23
		23	30
		30	6
		6	13
		13	20
		20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14
		14	21
		21	28
		28	4
		4	11
		11	18
		18	25
		25	1
		1	8
		8	15
		15	22
		22	29
		29	5
		5	12
		12	19
		19	26
		26	2
		2	9
		9	16
		16	23
		23	30
		30	6
		6	13
		13	20
		20	27
		27	3
		3	10
		10	17
		17	24
		24	31
		31	7
		7	14

Zusammenfassung.

Das in Leuna von Herrn Dr. Bähr entwickelte Verfahren zur Trennung von Ammoniak/Kohlensäure/Schwefelwasserstoff-Gemischen in Ammoniak einerseits und Schwefelwasserstoff/Kohlensäure andererseits, wurde mittels einer kleinen Versuchsanordnung in Hülse für die Trennung von konzentriertem Gaswasser bzw. Ammoniumsulfidlösungen angewendet.

Die, Ammoniak, Schwefelwasserstoff und Kohlendioxyd enthaltenden Gemische konnten einerseits in 96 % NH_3 enthaltendes Gas, und andererseits in ein noch 0,8 % NH_3 enthaltendes Kohlendioxyd/Schwefelwasserstoffgemisch getrennt werden, während das Ausgangsgemisch im Mittel 73,5 % NH_3 , 22,6 % H_2S und 3,9 % CO_2 enthalten hatte.

Ein Teil des so gewonnenen Ammoniaks wurde im Nachverbrennungs-ofen (80 Ltr./Std.) zu Salpetersäure verbrannt, wobei die Ausbeuten 98 % betragen.

Die Versuche wurden auf Veranlassung von Herrn Dr. Bähr in Hülse auf der Kokerei der Gewerkschaft Auguste Victoria durchgeführt.

gez. H e n g d e h l .