

TITLE PAGE

4. Abscheidung schwacher gasförmiger Säuren
aus Gasen.
Separation of weak gaseous acids
from gases.

Frame Nos. 65 - 69

I. G. FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

Unser Zeichen: O.Z.12389. We/P.

Ludwigshafen a.Rh., den 10. Oktober 1940.

(H)

065

Abscheidung schwacher gasförmiger Säuren aus Gasen.

Es ist bekannt, schwache gasförmige Säuren, wie Schwefelwasserstoff oder Kohlensäure, aus Gasen, die auch Ammoniak enthalten können, dadurch abzuscheiden, dass man die Gase bei gewöhnlicher Temperatur in Gegenwart von Ammoniak mit Wasser wäscht, wobei im Falle der Behandlung von Gasen, die Schwefelwasserstoff und Kohlensäure nebeneinander enthalten, unter Einhaltung einer solchen Berührungszeit gearbeitet wird, dass nicht nur Schwefelwasserstoff, sondern auch Kohlensäure aus dem Gas entfernt wird. Das hiernach im Gas vorhandene Ammoniak wird durch Waschen mit Wasser oder Gaswasser oder Flüssigkeiten ähnlicher Zusammensetzung entfernt. Hierbei ergibt sich häufig eine Schwierigkeit dadurch, dass das Gas entweder kein Ammoniak oder nur ungenügende Mengen davon enthält. Man ist in solchen Fällen gezwungen, Ammoniak aus fremder Quelle in das Verfahren einzuführen, was umständlich ist und zusätzliche Kosten verursacht.

Es wurde nun gefunden, dass man diese Schwierigkeiten vermeidet, wenn man aus mindestens einer der bei der Gaswaschung gewonnenen Flüssigkeiten freies Ammoniak in gasförmigem Zustand gewinnt und dieses wieder der ersten Waschstufe zuführt. Das in der ersten Stufe benötigte Ammoniak kann entweder dem zu reinigenden Gas oder (weniger zweckmässig)

auch dem zur Berieselung dienenden Wasser zugefügt werden, wobei die Berieselung also im letzten Fall mit einer wässrigen Lösung von Ammoniak erfolgt.

Die Gewinnung von freiem Ammoniak in gasförmigem Zustand aus den Waschflüssigkeiten kann in beliebiger Weise durchgeführt werden. Beispielsweise kann man die Flüssigkeit erhitzen, insbesondere durch Einleiten von Dampf, und dadurch Ammoniak, Schwefelwasserstoff und bezw. oder Kohlensäure austreiben. Die Dämpfe können dann mässig gekühlt werden, wobei eine konzentrierte Ammonsulfid- und bezw. oder Ammoniumcarbonatlösung entsteht; das übrig bleibende freie Ammoniak wird entweder unmittelbar dem rohen Gas zugesetzt oder in Wasser zu einer 2-4% Ammoniak enthaltenden Flüssigkeit gelöst, mit der die erste Stufe der Gaswaschung durchgeführt wird.

Die Waschflüssigkeiten oder die beim Erhitzen daraus gebildeten Dämpfe können aber auch auf chemischem Wege zerlegt werden. Dies ist z.B. möglich, indem man die Flüssigkeit oder die daraus beim Erhitzen gebildeten Dämpfe mit starken organischen Basen oder auch mit schwachen nicht flüchtigen Säuren oder deren Salzen behandelt. Je nach der Art der verwendeten Stoffe wird entweder der Schwefelwasserstoff und bezw. oder die Kohlensäure gebunden und reines Ammoniak in Freiheit gesetzt, oder aber das Ammoniak wird gebunden, während die schwachen gasförmigen Säuren entweichen. Bei der Anwendung dieser Verfahren hält man zweckmässig Temperaturen zwischen etwa 50 und 90° ein. Arbeitet man beispielsweise mit starken organischen Basen oder mit alkalisch reagierenden Salzen der vorgenannten Art, so werden die schwachen gasförmigen Säuren, wie Schwefelwasserstoff und bezw. oder Kohlensäure, gebunden, während das Ammoniak ungebunden bleibt und aus der Lösung entweichen kann. Arbeitet man dagegen mit sauren Stoffen der oben ge-

nannten Art, so entweichen die schwachen gasförmigen Säuren, während das Ammoniak gebunden wird und durch nachträgliches Erhitzen aus den Lösungen gasförmig in reiner Form gewonnen werden kann.

Die Gaswaschung kann unter gewöhnlichem oder auch unter erniedrigtem oder erhöhtem Druck durchgeführt werden. Das Arbeiten unter erhöhtem Druck ist dann besonders vorteilhaft, wenn man das gereinigte Gas unter Druck weiterverarbeiten oder seiner Verwendung zuführen will, wie es z.B. bei der Ferngasversorgung oder auch bei vielen katalytischen Gasreaktionen der Fall ist. Beim Arbeiten unter erhöhtem Druck hat man den weiteren Vorteil, dass man auch eine etwa noch notwendige Feinreinigung des Gases unter erhöhtem Druck und dadurch in besonders wirksamer Weise durchführen kann. Z.B. kann man zur Entfernung der letzten Spuren Schwefelwasserstoff das Gas einer Nachreinigung mit wässrigem Ammoniak unter erhöhtem Druck unterziehen und die hierbei gebildete Flüssigkeit zusammen mit der in der ersten Stufe des Verfahrens gewonnenen verarbeiten.

Beispiel.

Man leitet stündlich 100 cbm konvertiertes Wassergas mit 33% CO_2 , 2% CO , 63% H_2 , 1% CH_4 und 1% N_2 durch drei hintereinandergeschaltete, mit Raschig-Ringen gefüllte Türme. Die Aufenthaltszeit des Gases beträgt in jedem Turm eine Minute. Der erste Turm, in den das zu reinigende Gas eingeleitet wird, wird mit einer etwa 20prozentigen Ammoniumcarbonatlösung berieselt. Aus dem ersten Waschturm tritt das vorgereinigte Gas mit noch etwa 10% CO_2 in den zweiten Turm ein. Dieser Waschturm wird stündlich mit 250 Ltr. einer etwa 20prozentigen Ammoniaklösung berieselt, wobei die Kohlensäure bis auf weniger als 0,1% ausgewaschen wird. Das Gas enthält nunmehr 1 bis 2% NH_3 und tritt in einen dritten Turm ein, in dem das Ammoniak mit stündlich 250 Ltr. Wasser ausgewaschen

wird. Die von jedem Waschturm ablaufende Waschflüssigkeit wird teils im Kreislauf auf denselben Turm zurückgeführt und zum Teil dem jeweils vorhergehenden Turm zugeführt. Aus dem ersten Waschturm, in den das zu waschende Rohgas eintritt, werden stündlich 500 Ltr. einer Lösung abgezogen, die 21 bis 22 Gewichtsprocente Ammoniumcarbonat enthält.

Diese Lösung wird nunmehr in einem Abtreiber auf 100° erhitzt. Das hierbei gebildete Ammoniak, Kohlensäure und Wasserdampf enthaltende Dämpfegemisch wird auf etwa 70° gekühlt und das hierbei gebildete Kondensat in den Abtreiber zurückgeführt. Die weitgehend von Wasser befreiten Dämpfe werden nunmehr in einen Reaktionsturm eingeleitet, in dem sie mit stündlich 1 cbm Xylenol bei etwa 30° berieselt werden. Die Kohlensäure entweicht aus dem oberen Teil des Turmes praktisch ammoniakfrei, während das Ammoniak von dem Xylenol absorbiert wird. Das mit Ammoniak gesättigte Xylenol wird nunmehr auf 110° erhitzt, wobei etwa 66 cbm Ammoniak entweichen, die praktisch CO₂-frei sind. Dieses Ammoniak wird in 250 Ltr. Wasser zu einer etwa 20prozentigen Lösung kondensiert, die zur Berieselung des von Kohlensäure zu befreienden Gases im zweiten Waschturm dient.

Patentanspruch.

Verfahren zur Abscheidung schwacher gasförmiger Säuren aus Gasen durch Auswaschen mit Wasser bei gewöhnlicher Temperatur in Gegenwart von Ammoniak, wobei im Falle der Behandlung von Schwefelwasserstoff und Kohlensäure nebeneinander enthaltenden Gasen eine solche Berührungszeit gewählt wird, dass nicht nur Schwefelwasserstoff, sondern auch Kohlensäure aus dem Gas entfernt wird, und anschließende Entfernung des noch im Gas vorhandenen Ammoniaks durch Waschen mit

Wasser oder Gaswasser, dadurch gekennzeichnet, dass man aus mindestens einer der hierbei gebildeten Flüssigkeiten freies Ammoniak in gasförmigem Zustand gewinnt und dieses wieder der ersten Gaswaschung zuführt.

I.G.FARBENINDUSTRIE AKTIENGESELLSCHAFT

doppelt.