



Государственный комитет
СССР
по делам изобретений
и открытий

О П И С А Н И Е ИЗОБРЕТЕНИЯ

К АВТОРСКОМУ СВИДЕТЕЛЬСТВУ

(11) 865780

(61) Дополнительное к авт. свид-ву -

(22) Заявлено 01.11.76 (21) 2415441/23-26

с присоединением заявки № -

(23) Приоритет -

Опубликовано 23.09.81. Бюллетень № 35

Дата опубликования описания 23.09.81

(51) М. Кл.³

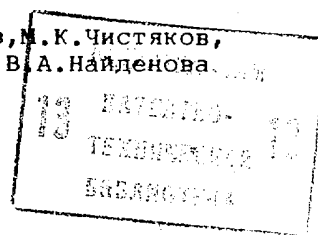
С 01 В 17/46

(53) УДК 546.226.
.325 (088.8)

(72) Авторы
изобретения

Л. П. Ряднева, В. В. Тараторкин, Е. М. Попов, М. К. Чистяков,
Г. В. Белоусов, В. П. Будник, Р. А. Искаков, В. А. Найденкова
и Л. Л. Рыбакова

(71) Заявитель



(54) СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ХЛОРСУЛЬФОНОВОЙ КИСЛОТЫ
И УСТРОЙСТВО ДЛЯ ЕГО ОСУЩЕСТВЛЕНИЯ

1

Изобретение относится к производству хлорсульфоновой кислоты и может быть использовано в химической промышленности.

Известен способ получения хлорсульфоновой кислоты путем взаимодействия газообразного 100%-ного серного ангидрида и хлористого водорода в насадочном аппарате во взвешенном слое жидкой хлорсульфоновой кислоты при 148-151°C [1].

Однако этот способ сложен в технологическом отношении за счет трудности поддержания в аппарате постоянной высоты слоя кипящей хлорсульфоновой кислоты, а также за счет загрязнения полученной хлорсульфоновой кислоты серным ангидридом и пиро-сульфурилхлоридом.

Наиболее близким к предлагаемому по технической сущности и достигаемому результату является способ получения хлорсульфоновой кислоты, включающий взаимодействие серного ангидрида с хлористым водородом при 130°C, конденсацию образующегося целевого продукта и обработку его хлористым водородом [2].

Известно устройство для осуществления способа получения хлорсульфо-

2

новой кислоты, содержащее корпус, разделенный перегородкой на отстойную и реакционную камеру. В реакционной камере размещены смеситель и вертикальный кожухотрубный теплообменник. Устройство снабжено фазоразделителем с колпачковым гидрозатвором [3].

5 Недостатком процесса является невозможность использования тепла реакции серного ангидрида с хлористым водородом для нагревания олеума, десорбции из него серного ангидрида и нагревания паров SO₂. Кроме того, взаимодействие серного ангидрида и хлористого водорода проводят при температуре ниже температуры кипения хлорсульфоновой кислоты. Время пребывания газа в реакционном объеме составляет не менее 0,5 с, что снижает интенсивность процесса.

Цель изобретения - интенсификация процесса.

Поставленная цель достигается тем, что согласно способу, включающему взаимодействие серного ангидрида с хлористым водородом при повышенной температуре, конденсацию образующегося целевого продукта и обработку его хлористым водородом,

10

15

20

25

30

взаимодействие исходных реагентов ведут при 155-175°C.

Для осуществления способа используют устройство, содержащее корпус, разделенный перегородкой на отстойную и реакционную камеры, в которой размещены смеситель и теплообменник. Причем корпус снабжен установленной над перегородкой отстойной камерой дополнительной перегородкой, которые образуют между собой камеру для подачи олеума.

При этом теплообменник выполнен в виде "труба в трубе", где внутренняя труба укреплена в нижней перегородке, а наружная - в верхней.

На чертеже изображено предлагаемое устройство, продольный разрез.

Устройство содержит корпус 1, разделенный перегородкой 2 на реакционную камеру 3 и отстойную камеру 4. Внутри реакционной камеры размещен теплообменник типа "труба в трубе", включающий внутреннюю трубку 5 и наружную трубку 6. Над перегородкой отстойной камеры дополнительно установлена вторая перегородка 7, которые образуют между собой камеру для подачи олеума 8. Реакционная камера снабжена также смесителем 9, штуцерами 10 и 11 для ввода контактных газов и хлористого водорода и штуцерами 12 и 13 для вывода и ввода олеума. Отстойная камера снабжена штуцером для вывода отходящих газов 14 и хлорсульфоновой кислоты 15.

Способ осуществляют следующим образом.

При пуске устройства в смеситель 9 через штуцера 10 и 11 ввода подают контактный газ и хлористый водород. Парогазовая смесь поступает затем в трубки 5 и 6 теплообменника. За счет тепла реакции температура в верхней части трубок повышается. Одновременно в камеру для подачи олеума 8, отделенную перегородкой 7, через штуцер 13 подают исходный олеум. Олеум, поднимаясь по кольцевому зазору между трубками 5 и 6 со скоростью 0,08-0,2 м/с, быстро нагревается до 120-140°C, отнимая тепло от парогазожидкостной смеси, проходящей по трубке 5, и из него начинает испаряться серный ангидрид. Испарившийся серный ангидрид поднимается вверх реакционной камеры 3 и затягивается в смеситель 9. При этом подача контактного газа в смеситель прекращается. Температура газа в верхней части реакционной камеры 3 составляет 155-175°C, время пребывания газовой смеси в реакционном объеме составляет 0,2-0,4 с. Перелившийся через край трубки олеум, из которого десорбируется серный ангидрид, стекает тонкой пленкой по внешней стороне этой трубки вниз и охлаждается за счет поднимающегося в межтрубном

кольцевом пространстве олеума, который одновременно нагревается до 75-85°C и выходит из реактора через штуцер 12. Содержание свободного серного ангидрида в нем составляет 18-25%. Газопаровая смесь, содержащая хлорсульфоновую кислоту, движется по трубке 5 вниз, охлаждается олеумом, конденсируется и поступает в отстойную камеру 4, отделенную от камеры 8 для подачи олеума перегородкой 2. В отстойной камере 4 происходит отделение жидкой хлорсульфоновой кислоты от газов, содержащих пары хлорсульфоновой кислоты и пиросульфурилхлорида. Газы выводятся через штуцер 14, а кислоту через штуцер 15.

Хлорсульфоновая кислота из реакционного устройства поступает в абсорбер с целью освобождения ее от примесей пиросульфурилхлорида. В абсорбере кислоту обрабатывают при 75-100°C хлористым водородом, затем охлаждают в холодильнике и отправляют на склад. Выходящие из реакционного устройства газы, содержащие пары хлорсульфоновой кислоты и пиросульфурилхлорида, охлаждают в холодильнике. Сконденсировавшаяся там кислота соединяется с вытекающей из реактора кислотой перед абсорбером, а отходящие газы обрабатывают 96-98%-ной серной кислотой и выводят из процесса.

Температура 155-175°C в реакционной зоне обусловлена наибольшей степенью взаимодействия серного ангидрида и хлористого водорода и способствует наиболее полному выделению серного ангидрида из олеума. Снижение температуры в реакционной зоне ниже 155°C приводит к уменьшению степени взаимодействия серного ангидрида и хлористого водорода и требует дополнительного подвода тепла для испарения серного ангидрида из олеума. Повышение температуры выше 175°C приводит к частичному термическому распаду хлорсульфоновой кислоты на сульфурилхлорид и серную кислоту.

Пример 1. 162,7 кг/ч олеума с содержанием 34,6% SO_3 св. и 6,9 $\text{м}^3/\text{ч}$ хлористого водорода подают в реакционное устройство. Температура газопаровой фазы в полном объеме реакции 0,3 с. Вытекающую из реакционного устройства хлорсульфоновую кислоту обрабатывают хлористым водородом при 80°C и после охлаждения в количестве 35,2 кг/ч направляют на склад. Продукционная кислота содержит 98,5% HSO_3Cl .

Пример 2. 162,7 кг/ч олеума с содержанием 34,6% SO_3 св. и 6,9 $\text{м}^3/\text{ч}$ хлористого водорода подают в реакционное устройство. Температу-
ра газопаровой фазы в полном объеме

155°C, время пребывания газов в зоне реакции 0,2 с. Вытекающую из реакционного устройства хлорсульфоновую кислоту обрабатывают хлористым водородом при 90°C и после охлаждения в количестве 33,4 кг/ч направляют на склад. Продукционная кислота содержит 98,9% HSO_3Cl .

Пример 3. 162,7 кг/ч олеума с содержанием 34,6% SO_3 св. и 6,9 нм/ч хлористого водорода подают в реакционное устройство. Температура газопаровой фазы в полном объеме 175°C, время пребывания газов в зоне реакции 0,4 с. Вытекающую из реакционного устройства хлорсульфоновую кислоту обрабатывают хлористым водородом при 100°C и после охлаждения в количестве 35,0 кг/ч направляют на склад. Продукционная кислота содержит 98,2% HSO_3Cl .

Использование предлагаемого способа получения хлорсульфоновой кислоты и устройства для его осуществления позволяет интенсифицировать процесс за счет более полного превращения реагентов, сокращения времени их взаимодействия и совмещения процесса получения хлорсульфоновой кислоты и десорбции 100%-ного серного ангидрида из олеума.

Формула изобретения

1. Способ получения хлорсульфоновой кислоты, включающий взаимодей-

ствие серного ангидрида с хлористым водородом при повышенной температуре, конденсацию образующегося целевого продукта и обработку его хлористым водородом, отличающийся тем, что, с целью интенсификации процесса, взаимодействие исходных реагентов ведут при 155-175°C.

2. Устройство для осуществления способа по п. 1, содержащее корпус, разделенный перегородкой на отстойную и реакционную камеры, в которой размещены смеситель и теплообменник, отличающееся тем, что корпус снабжен установленной над перегородкой отстойной камеры дополнительной перегородкой, которые образуют между собой камеру для подачи олеума.

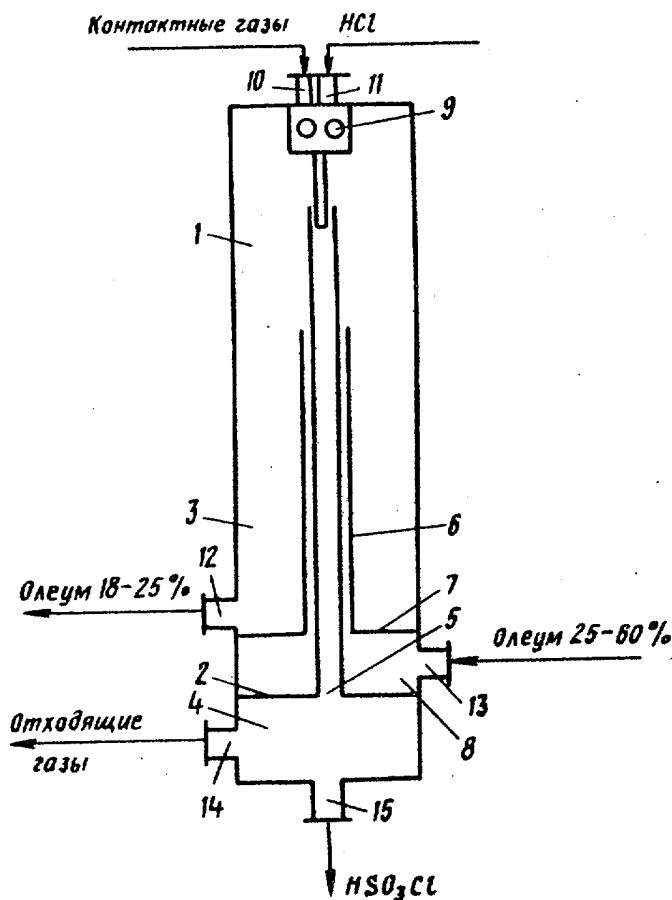
3. Устройство по п. 2, отличающееся тем, что теплообменник выполнен в виде "труба в трубе", при этом внутренняя труба укреплена в нижней перегородке, а наружная - в верхней.

Источники информации, принятые во внимание при экспертизе

1. Патент ФРГ № 1226991, кл. 12 i 17/45, 1964.

2. Патент Франции № 2117297, кл. C 01 B 17/00, 1971.

3. Авторское свидетельство СССР № 652958, кл. B 01 J 1/00, 1976.



ВНИИПИ Заказ 7972/32
Тираж 508 Подписное
Филиал ППП "Патент",
г. Ужгород, ул. Проектная, 4