

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningskrift nr. 126729

Int. Cl. C 01 b 17/20 Kl. 12i-17/20

Patentsøknad nr.	835/70	Inngitt	10.3.1970
Løpedag	-		
Søknaden alment tilgjengelig fra			14.9.1970
Søknaden utlagt og utlegningskrift utgitt			19.3.1973
Prioritet begjært fra:	12.3.1969 Finland,		
	nr. 740/69		

Oy Tampella Ab,
Tampere, Finland.

Oppfinnere: Håkan Romantschuk, Kirjavaisenkatu 2,
Takahuhti, Tampere og Jorma Kiimalainen,
Satakunnankatu 19, Tampere, Finland.

Fullmektig: Bryns Patentkontor A/S

Fremgangsmåte til fremstilling
av en polysulfidoppløsning.

Foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte til fremstilling av en polysulfidoppløsning hvorved hydrogensulfid og svoveldioksyd bringes til å reagere med hverandre i vannfase ved lav temperatur for dannelsen av en svovelsuspensjon, som deretter innmates i en konsentreringsanordning eller lignende.

Det er kjent flere lignende fremgangsmåter som dog har hatt som formål å fremstille elementært svovel. Ingen av disse tidligere kjente fremgangsmåter har imidlertid ledet til anvendelse i industriell målestokk. Årsaken til mislykkede forsøk har blitt angitt å være vanskeligheten med å fraskille det oppnådde svovel ved filtrering samt den utbyttenedsettende virkning av forekommende polytioforbindelser.

Den fremgangsmåte som hittil har vært benyttet til fremstilling av svovel er den såkalte Claus-fremgangsmåten, der det imidlertid kreves et spesielt forbrenningskammer hvor det opptrer høye temperaturer og man blir derfor tvunget til å arbeide med varme gasser.

Foreliggende oppfinnelse har til formål å tilveiebringe en fremgangsmåte til fremstilling av en polysulfidoppløsning ved å bringe hydrogensulfid og svoveldioksyd til å reagere med hverandre i vannfase ved lav temperatur, hvorefter den dannede svovelsuspensjon konsentreres, hvorved fremstillingen av polysulfidoppløsningen ved benyttelse av en tykk svovelsuspensjon som utgangsmateriale er enkel og gir et godt utbytte og hvilken fremgangsmåte kan utføres ved anvendelse av enklere anordninger enn tidligere og uten at det er nødvendig å fremstille rent elementærsvovel som mellomprodukt.

Ifølge oppfinnelsen er det således tilveiebragt en fremgangsmåte til fremstilling av en polysulfidoppløsning som er beregnet for tilsetning til cellulosekokevæske, hvorved hydrogensulfid og svoveldioksyd bringes til å reagere med hverandre i vannfase ved lav temperatur under 150°C for dannelselse av en svovelsuspensjon, og det oppnådde svovel bringes deretter til å reagere med en konsentrert natriumsulfidoppløsning, kjennetegnet ved at det ved reaksjonen først dannede svovel ledes til en polysulfidreaktor i form av en ikke rensset suspensjon uten fraskilling av svovelet, men via en konsentreringsanordning, i hvilken suspensjonens svovelinnhold forhøyes til over 20 vektprosent, fortrinnsvis 50-60 vektprosent, og hvorfra den separerte klare væske tilbakeføres til reaktoren for fremstilling av svovel.

Hydrogensulfidet og svoveldioksyden bringes til å reagere med hverandre enten i stökiometriske forhold eller hensiktsmessig under anvendelse av et lite overskudd hydrogensulfid, hvorved det er mulig å holde konsentrasjonen av poly-tioforbindelser i den sirkulerende væsken meget lav. Den reaksjon ifølge hvilken poly-tioforbindelsene dannes er en likevektsreaksjon og av denne grunn stiger konsentrasjonen av disse forbindelser i den sirkulerende væsken bare til et visst nivå. Dette nivå kan holdes lavt ved å tilføre reaksjonskomponentene i et vesentlig stökiometrisk forhold.

Ifølge en utførelsesform av oppfinnelsen innføres hydrogensulfidet og svoveldioksyden i medström i en med fyllstoff forsynt reaksjonsbeholder, f.eks. en reaksjonsbeholder av den type som er beskrevet i italiensk patent nr. 355 275.

De gasser som kommer fra reaksjonsbeholderen vaskes med for-

del med en eller annen egnet basisk væske, f.eks. hvitlut, som deretter ledes tilbake til cellulosekokeprosessen. På denne måten blir de ikke-reagerende bestanddelene som forekommer i gassene gjenvunnet.

Ifølge en spesielt fordelaktig utførelsesform tilsettes en liten mengde natriumsulfat eller grønslut til den sirkulerende væsken for å påskynde svovelutfellingen.

Oppfinnelsen skal i det følgende beskrives nærmere under henvisning til tegningen, som skjematisk viser en anordning for utførelse av fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen.

Fremstillingen av polysulfidoppløsning foretas ved å utgå fra hydrogensulfidgass av hvilken en del innføres direkte i den øvre delen av en med fyllstoff forsynt reaksjonsbeholder 3. En annen del forbrennes til svoveldioksyd i en ovn 1, hvilken svoveldioksyd etter å ha gjennomstrømmet en kjøleanordning 2 ledes inn i den øvre delen av reaksjonsbeholderen 3. I den øvre delen av reaksjonsbeholderen 3 er det anordnet et munnstykke 8 gjennom hvilket det sprøytes vann, som funksjonerer som sirkulasjonsvæske, på fyllstoffene. Gassene og væsken passerer i medstrøm gjennom reaksjonsbeholderen 3 og uttas ved den nedre enden etterat gassen er fraskilt fra væskefasen.

Hydrogensulfidet og svoveldioksyden reagerer i reaksjonsbeholderen 3 under dannelsen av svovel og vann. Avgassene som muligens frøndeles inneholder ureagerte bestanddeler, ledes deretter gjennom en spesiell vaskeanordning 4 hvori gassene vaskes med hvitlut, som deretter tilbakeføres til cellulosekokeprosessen for å minske kjemikalietapet.

Fra reaksjonsbeholderen 3 ledes svovelsuspensjonen til et filter eller en konsentreringsanordning 6 hvorfra en del av sirkulasjonsvæsken tilbakeføres til den øvre delen av reaksjonsbeholderen 3 via en kjøleanordning 5. Den tykke, over 20 vektprosent, fortrinnsvis ca. 50-60 vektprosent, svovelholdige svovelsuspensjon mates deretter til en reaksjonsbeholder 7 hvor den bringes til å reagere med konsentrert natriumsulfidoppløsning for dannelsen av en polysulfidoppløsning.

Eksempel

Ved forsøk i laboratoriemålestokk er det ved prosessen oppnådd et svovelutbytte på 78.5%, men det skulle være åpenbart at resultatet blir betydelig meget bedre når fremgangsmåten foretas i fabrikkmålestokk, hvor det er lettere å tilveiebringe en nøyaktig matning. I hvert tilfelle kunne de i avgassene eventuelt forekommende ureagerte bestanddeler absorberes slik at ingen nevneverdige

126729

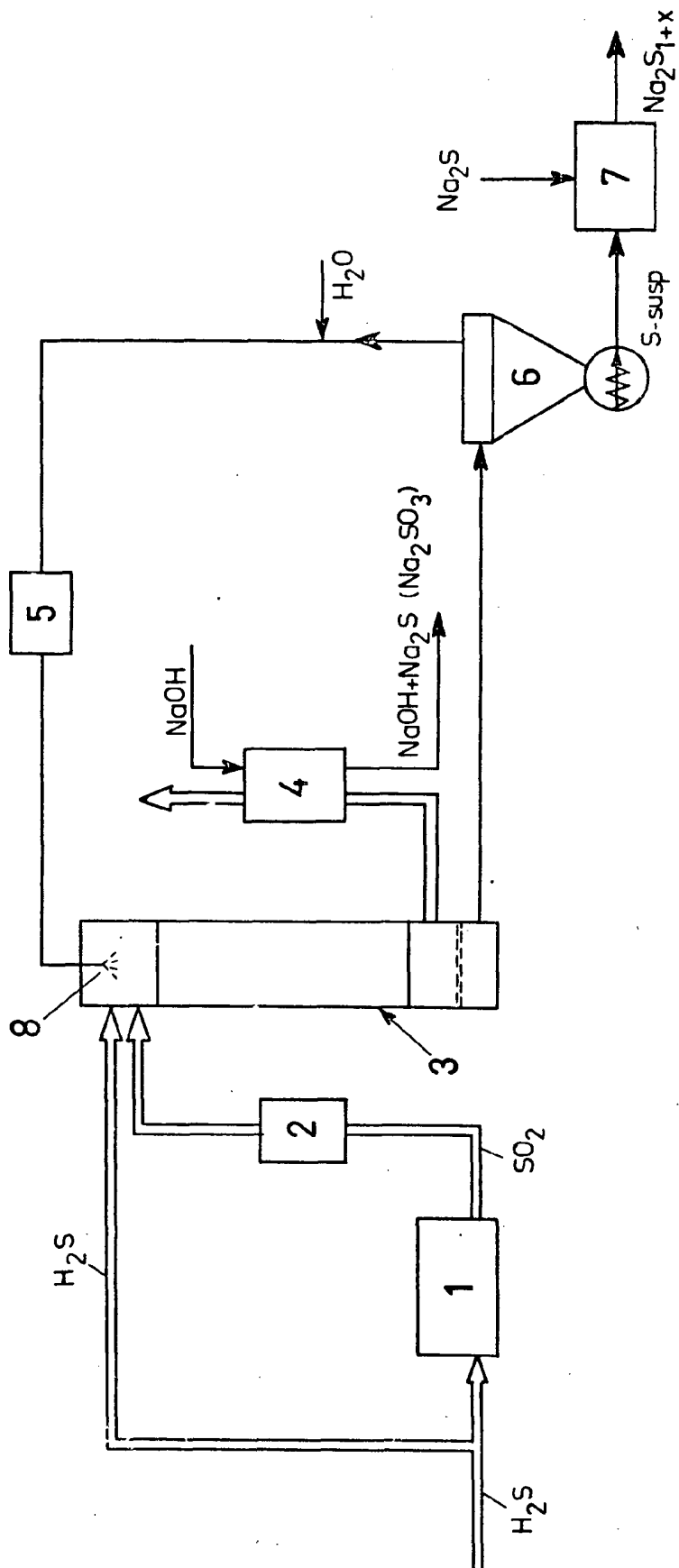
kjemikalietap forekom, dvs. disse tap holdt seg under 1%.

En meget tykk svovelsuspensjon inneholdende 63 vektprosent svovel er blitt oppnådd ved å tilsette Na_2SO_4 til sirkulasjonsvæsken slik at denne har fått et innhold av dette salt på ca. 15 g/l. Lignende resultater er oppnådd med et innhold på 8 g/l Na_2SO_4 i sirkulasjonsvæsken når denne ble holdt ved en temperatur på ca. 50-60°C.

Den lille mengde natriumsulfat som havner i polysulfidoppløsningen blir senere utnyttet og tioforbindelsene i polysulfidoppløsningen sirkulerer inaktive i systemet til de blir redusert i soda-pannen.

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte til fremstilling av en polysulfidoppløsning beregnet for tilsetning til cellulosekokevæske, hvorved hydrogensulfid og svoveldioksyd bringes til å reagere med hverandre i vannfase ved lav temperatur under 150°C for dannelselse av en svovelsuspensjon, og det oppnådde svovel bringes deretter til å reagere med en konsentrert natriumsulfidoppløsning, k a r a k t e r i s e r t v e d at det ved reaksjonen først dannede svovel ledes til en polysulfidreaktor i form av en ikke-renset suspensjon uten fraskilling av svovlet, men via en konsentreringsanordning, i hvilken suspensjonens svovelinnhold forhöyes til over 20 vektprosent, fortrinnsvis 50-60 vektprosent, og hvorfra den separerte klare væsken tilbakeføres til reaktoren for fremstilling av svovel.
2. Fremgangsmåte ifölge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at hydrogensulfidet og svoveldioksyden tilføres i stökiometrisk forhold til hverandre eller eventuelt anvendes et lite overskudd hydrogensulfid for å unngå bireaksjoner.
3. Fremgangsmåte ifölge krav 1 eller 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at hydrogensulfidet og svoveldioksyden innføres i medström i en med fyllstoff forsynt reaksjonsbeholder i hvis övre del sirkulasjonsvæske innføres og fra hvis nedre del sirkulasjonsvæske med deri suspendert svovel uttas.
4. Fremgangsmåte ifölge krav 1 - 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at de ved reaksjonen mellom hydrogensulfidet og svoveldioksyden oppnådde gasser, vaskes med en basisk væske slik som f.eks. hvitlut, for gjenvinning av ureagerte bestanddeler.
5. Fremgangsmåte ifölge krav 1 - 4, k a r a k t e r i s e r t v e d at det til sirkulasjonsvæsken tilsettes en liten mengde natriumsulfat eller grönnlut for oppnåelse av en meget tykk svovelsuspensjon.



126729