



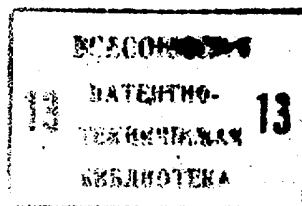
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1072792 A**

3(51) В 01 J 19/00

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ



(21) 2435651/23-26

(22) 28.12.76

(46) 07.02.84. Бюл. № 5

(72) Тосияки Огоси, Ёзо Мияваки,
Фусао Кондо и Сусуму Сакураи (Япония)

(71) Лайон Корпорейшн (Япония)

(53) 66.023 (088.8)

(56) 1. Патент США № 3620684,
кл. 23-285, 1975.

2. Патент США № 3879172,
кл. 23-284, 1975.

(54)(57) 1. УСТРОЙСТВО ДЛЯ НЕПРЕРЫВ-
НОГО СУЛЬФИРОВАНИЯ, содержащее вер-
тикальный цилиндрический корпус, вну-
три которого в верхней части размеще-
но питающее устройство, и кольцевое
сопло для подачи газообразного суль-
фирующего агента, о т л и ч а ю -
щ е е с я тем, что, с целью повыше-

ния стабильности продукта, питающее
устройство выполнено в виде кольце-
вой камеры с прорезями, внутри кото-
рой коаксиально укреплено кольцевое
сопло для подачи газообразного суль-
фирующего агента, при этом прорези
сделаны в форме прямоугольника, доля
площади которых определяется по фор-
муле

$$S = \frac{a \cdot c}{a(b+c)} \cdot 100\%,$$

где a - высота прорези;
 b - расстояние между прорезями;
 c - ширина прорези.

2. Устройство по п.1, о т л и -
ч а ю щ е е с я тем, что корпус вы-
полнен в виде двух концентрически
установленных цилиндров, снабженных
теплообменными рубашками.

(19) **SU** (11) **1072792 A**

Изобретение относится к конструкции реакторного устройства и может быть использовано для проведения процессов химической технологии, в частности для непрерывного сульфирования органической жидкости.

Известно устройство для сульфирования органической жидкости, содержащее корпус и распределительное устройство, выполненное в виде камеры с горизонтальной кольцевой цепью [1].

Недостатком устройства является то, что оно не обеспечивает равномерность толщины пленки по всему диаметру щели.

Известно устройство для сульфирования органической жидкости, содержащее вертикальный цилиндрический корпус, внутри которого в верхней части размещено питающее устройство, выполненное в виде сетки, и кольцевое сопло для подачи газообразного сульфировующего агента [2].

Недостатком известного устройства является то, что сетка в процессе работы засоряется, что приводит к неравномерности распределения потока органической жидкости по реакционной поверхности и поэтому со временем имеет место окрашивание готового продукта. Кроме того, возможно, что из-за местного разбрызгивания органической жидкости из сетки пленка органической жидкости не образуется на реакционной поверхности.

Цель изобретения - повышение стабильности продукта.

Поставленная цель достигается тем, что в устройстве для непрерывного сульфирования, содержащем вертикальный цилиндрический корпус, внутри которого в верхней части размещено питающее устройство, и кольцевое сопло для подачи газообразного сульфировующего агента, питающее устройство выполнено в виде размещенной в верхней части аппарата кольцевой камеры с прорезями, внутри которой коаксиально укреплено кольцевое сопло для подачи газа, при этом прорези сделаны в форме прямоугольника, доля площади которых определяется по формуле

$$S = \frac{a \cdot c}{a(b+c)} \cdot 100\%,$$

где a - высота прорези;

b - расстояние между прорезями;

c - ширина прорези.

Кроме того, корпус выполнен в виде двух concentricки установленных цилиндров, снабженных теплообменными рубашками.

Указанное отличие обеспечивает получение однородной тонкой пленки на поверхности реактора благодаря силе притяжения, при этом не возникает нежелательного окрашивания продукта,

так как с течением времени не происходит засорение прорезей.

На фиг.1 представлено устройство, вертикальный разрез; на фиг.2 - кольцевое питающее устройство; на фиг.3 - разрез А-А на фиг.2.

Устройство для непрерывного сульфирования содержит вертикальный корпус 1, внутри которого в верхней части размещено питающее устройство, выполненное в виде кольцевой камеры 2 с прямоугольными прорезями 3, внутри которого коаксиально укреплено кольцевое сопло 4 для подачи газа. Корпус 1 реактора выполнен в виде двух concentricки установленных цилиндрических стенок 5 и 6, снабженных теплообменными рубашками 7 и 8 с патрубками 9 и 10 для вывода охлаждающей воды. Внутри теплообменных рубашек 7 и 8 установлены перегородки 11.

Устройство работает следующим образом.

Сульфорируемую органическую жидкость такую как α -олефин, имеющий 10-24 атомов углерода, вводят через внутренний 12 и наружные 13 патрубки для подачи сырья. Органическая жидкость, вводимая через внутренний патрубок 12 для подачи сырья, течет вниз в виде тонкой пленки по реакционной поверхности внутренней реакционной стенки 6 из внутреннего кольцевого питающего устройства 14 через кольцевую камеру 15. Подобным образом органическая жидкость, вводимая по наружным патрубкам 13 для подачи сырья, стекает вниз в виде тонкой пленки по реакционной поверхности наружной реакционной стенки 5 из наружного питающего устройства 16 через кольцевую камеру 17.

Трехокись серы в качестве газообразного сульфировующего продукта подают по питающему трубопроводу 18 для SO_3 и вводят в зону 19 реакции из кольцевого сопла 4, подающего SO_3 , включенного между двумя реакционными стенками 5 и 6. Предпочтительно отверстие кольцевого питающего SO_3 сопла 4 разместить несколько ниже кольцевых питающих камер 15 и 17. Газообразная SO_3 , вводимая в зону 19 реакции, действует на тонкую пленку органической жидкости непосредственно ниже сопла 4, сульфорируя ее. Пока органическая жидкость стекает вниз по реакционной поверхности, указанное сульфирование заканчивается.

Кольцевая питающая камера 2 имеет несколько прорезей 20, расположенных в ряд горизонтально на равном расстоянии одна от другой. Предпочтительно толщина кольцевой стенки 21 кольцевого питающего устройства 3-15 мм. Сульфорируемую органическую жидкость подают внутрь устройства и пропускают через

прорези 20 для стока вниз в виде тонкой пленки по внешней поверхности 22 устройства и дальнейшего стока вниз по реакционной поверхности внутренней реакционной стенки 6 при условии, что ее поверхность выровнена с наружной поверхностью 22. Когда кольцевое питающее устройство является упомянутым внешним питающим устройством, органическую жидкость подают снаружи этого устройства и пропускают через прорези 10, чтобы она стекала вниз по внутренней поверхности 23.

Кольцевое питающее устройство согласно изобретению выполнено при воз-
действии на один конец кольцевой стеньки 21, чтобы точно превратить ее в гребнеподобную конфигурацию и связать кольцевой элемент 24 с выполненным таким образом одним концом. При горизонтальном расположении кольцевого питающего устройства на устройстве для непрерывного сульфирования указанное контактирование может быть осуществлено, например, с помощью болтов. В качестве внутреннего кольцевого питающего устройства для кольцевого элемента 24 может быть также использована круглая пластина. Кольцевые питающие устройства должны быть в таком количестве, сколько реакционных стенок, обычно два кольцевых питающих устройства используют для аппарата непрерывного сульфирования.

Использование предлагаемого устройства с применением указанного кольцевого питающего устройства позволяет создать равномерную тонкую пленку органической жидкости на реакционной поверхности, так что полученный продукт не является окрашенным и сопровождается образованием побочных продуктов только в незначительной степени, следовательно, получают высококачественный сульфированный продукт. В отличие от известных устройств

использующих питающие устройства, такие как сетка, предлагаемое устройство имеет прорези, свободные от забивания незначительным количеством порошков или мусора, содержащихся в органической жидкости и, следовательно, в нем можно осуществлять длительное время стабильный непрерывный процесс.

Известная аппаратура для непрерывного сульфирования в основном пригодна для производства поверхностно-активного агента и, кроме того, пригодна также для сульфирования при производстве красителей и медикаментов.

Равномерность тонкой пленки органической жидкости, образующейся на реакционной поверхности, измерена в следующем эксперименте.

Равномерность тонких пленок органической жидкости, образовавшихся на реакционных поверхностях при использовании предлагаемого устройства, снабженного кольцевыми питающими устройствами, и известной аппаратуры, снабженной щелевыми отверстиями соответственно, определяют при измерении величины потока. Измерение проводят соответственно в одном из восьми положений внутренней реакционной поверхности (диаметр 76 мм), соответствующем положению на наружной поверхности внутренних кольцевых питающих устройств, которые расположены соответственно на 5 см вертикально вниз от восьми положений, полученных при делении указанной наружной поверхности устройства на восемь равных частей.

Использованной органической жидкостью является α -олефин с 16-18 атомами углерода (имеющий средний молекулярный вес 235).

Конфигурация использованных кольцевых питающих устройств и результаты измерений представлены в табл. 1.

Т а б л и ц а 1

Кольцевое питающее устройство	Устройство непрерывного сульфирования, снабженное кольцевыми питающими устройствами								Известное устройство
1	2								3
α , мм	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.3
b , мм	3	3	3	3	3	3	3	3	Щель
Площадь прорези, %	35	40	50	67	80	90	95	100	
Падение давления ΔP (мм H ₂ O)	48	46	44	32	22	19	17	17	

Продолжение табл. 1

продолжение табл. 1

1	2								3
Ошибки величины потока в соответствии с измеряемыми положениями									

Измеряемое положение									
1	+1.5	+0.5	+0.2	0	-0.7	-0.5	+2.1	+25.5	
" 2	+2.6	+0.7	+0.1	-0.10		-0.3	-0.6	-5.2	
" 3	-3.2	-2.5	0	+1,7	+1.5	0	-2.5	-2.5	
" 4	-2.9	-1.7	-2.1	+1.0	-0.9	+2.5	-2.6	+10.3	
" 5	+3.8	+2.6	+1.5	-1.6	-0.1	+2.1	-2.4	-20.2	
" 6	-3.5	-1.5	0	-0.5	0	-1.8	+0.8	-3.5	
" 7	-1.3	+2.1	-1.0	0	-0.2	-1.9	+2.3	+3.4	
" 8	+3.0	-0.2	+1.3	-0.5	+0.4	-0.1	+2.9	-7.8	

Как видно и табл.1, известная аппаратура снабженная щелевыми отверстиями, приводит к большому изменению величины потока на реакционной поверхности, тогда как предлагаемая аппаратура, снабженная кольцевым питающим устройством, имеющим площадь прорезей 40-90%, приводит к очень равномерному потоку, в результате чего получают сульфированный продукт отличного качества.

Пример 1. При использовании предлагаемого устройства для непрерывного сульфирования, снабженного кольцевыми питающими устройствами, сульфигуют α -олефин, имеющий 16-18 атомов углерода (средний молекулярный вес

235), с помощью газообразной SO_3 . Для сравнения подобный эксперимент проводят с использованием известной аппаратуры со щелевым отверстием. Оба опыта осуществляют в условиях, когда длина реакционной стенки составляет 2 м, количество подаваемого α -олефина составляет 250 кг/м ч, молярное отношение SO_3 к α -олефину равно 1,14; температура охлаждающей воды в рубашке с водяным охлаждением равна 20°C, а температура реакции сульфирования 55-60°C.

Результаты для указанных сульфированных продуктов представлены в табл.2.

Таблица 2

Кольцевое питающее устройство	Устройство для непрерывного сульфирования, снабженное кольцевыми питающими устройствами						Известное устройство
1	2						3
a, мм	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.4	0.3
b, мм	3	3	3	3	3	3	Щель
Площадь прорезей, %	40	50	67	80	90	95	100
Качество сульфированного продукта							

1	2						3
Содержание непрореагировавшего масла, вес. % *	2.70	2.68	2.71	2.72	2.70	2.75	2.9
Окрашивание **	0.125	0.115	0.110	0.110	0.120	0.150	0.205
Содержание дисульфоната ***	8.0	8.1	7.5	7.9	8.0	8.5	10.1

* Экстракт петролейного эфира (активное основание)

** Концентрация 25%, мера поглощения света ячейка 10 мм, 420 мм.

*** Дисульфонат, вес. %, содержащийся в поверхностно-активном агенте.

Как видно из табл. 2, поверхностно-активный агент, полученный с применением предлагаемого устройства, окрашен намного меньше, чем продукт, полученный в известном устройстве, он избыточно несульфирован и имеет отличное качество.

Пример 2. При использовании предлагаемого устройства, снабженного кольцевыми питающими устройствами, как в примере 1, имеющими площадь прорезей 67%, проводят сульфирование алифатического спирта, имеющего 12 атомов углерода (молекулярный вес 204), в качестве сульфлируемой органической жидкости таким же образом, как в примере 1, за исключением следующих условий:

Молярное отношение SO_3 1,03

Количество подаваемого сульфлируемого спирта

250 кг/м.ч

Количество разбавляющего воздуха

3 н.м³/мин

Температура охлаждающей воды

25°C

Результаты представлены в табл. 3 вместе с сравнительными результатами, полученными на известной аппаратуре, имеющей щелеподобное отверстие (как использовано в примере 1).

Т а б л и ц а 3

Качество поверхностно-активного агента	Предлагаемое устройство	Известное устройство
Содержание непрореагировавшего масла, вес. %	2,80	2,95
Окрашивание (10%-ный водный раствор)	0,11	0,19
Неорганическая соль, вес. % ****	0,45	0,56

**** Активное основание

Из данных, приведенных в табл. 3 видно, что предлагаемая аппаратура для непрерывного сульфирования является намного лучше по сравнению с известной.

Пример 3. При использовании предлагаемой аппаратуры, снабженной кольцевыми питающими устройствами, имеющими $a = 0,6$ мм, $b = 4$ мм и площадь прорезей 67%, проводят сульфирование, применяя в качестве сульфлируемой органической жидкости спирт, оксипропилированный тремя молями оксиэтилена (молекулярный вес 330), по методике примера 1, но с учетом следующих условий:

Молярное отношение

1,03

Количество подаваемого этоксилированного спирта

300 кг/м.ч

Количество разбавляющего воздуха

3 н.м³/мин

Температура охлаждающей воды

25°C

Для сравнения при использовании известной аппаратуры, снабженной щелевым отверстием с $a = 4$ мм, проводят аналогичный эксперимент.

Полученные результаты приведены в табл. 4 вместе с результатами, полученными на предлагаемой аппаратуре.

Т а б л и ц а 4

Количество поверхностно-активного агента	Предлагаемое устройство	Известное устройство
Содержание непрореагировавшего масла, вес. % *****	2,10	2,15
Окрашивание (10%-ный водный раствор)	2,010	0,020
Неорганическая соль, вес. %	0,30	0,32

***** Метод ионообменной смолы.

Пример 4. Проводят сульфирование по методике примера 2 за исключением использования алкилбензола (молекулярный вес 243) в качестве сульфорируемой органической жидкости и следующих условий (аппаратура, использованная для сравнения, такая же, как в примере 2):

Молярное соотношение SO_3	1,05
Количество подаваемого алкилбензола	300 кг/м.ч
Количество разбавляющего воздуха	3 м ³ /мин
Температура охлаждающей воды	20°C

Т а б л и ц а 5

Количество поверхностно-активного агента	Предлагаемое устройство	Известное устройство
Содержание непрореагировавшего нефтяного масла, вес. %	1,30	1,35
Окрашивание (10%-ный водный раствор)	0,010	0,015
Неорганическая соль, вес. %	1,25	1,20

Пример 5. В соответствии с технологией, упомянутой в примере 1, проводят опыты по непрерывному сульфированию с использованием предлагаемого устройства, снабженного кольцевым питающим устройством, имеющим множество прямоугольных про-

резей с общей площадью около 67% ($a = 0,4$, $b = 3$ и $c = 6,1$ мм), и известного устройства, снабженного тканой сеткой со средним размером отверстий 18 мкм.

Результаты приведены в табл. 6

Т а б л и ц а 6

Параметры сульфирования (г/ΔР, мм H_2O) на устройстве

Качество сульфированных продуктов	предлагаемом				известном	
	3 32	24 32	36 32	3 400	24 1900 **	36 1900 ***

Содержание непрореагировавшего масла, вес. %	2,71	2,71	2,70	2,70	2,75	2,75
Окрашивание **	0,110	0,108	0,110	0,119	0,150	0,250
Цвет (по наблюдению невооруженным глазом)	Желто-коричневый	Желто-коричневый	Желто-коричневый	Светло-коричневый	Коричневый	Темно-коричневый

Качество сульфированных продуктов	предлагаемом				известном	
	3 32	24 32	36 32	3 400	24 ** 1900	36 *** 1900
Содержание соли дисульфокислоты, вес. %	7,5	7,5	7,6	8,5	8,5	8,5
Необходимость отбеливателя	Нет	Нет	Нет	Нет	Предпочтительно	Да

* 25% концентрация, впитывающая способность (или легкая абсорбция), 10 мм ячейка, 420 мм

** Так как ухудшается окрашивание продукта, необходимо прекратить непрерывный процесс и очистить засоренную тканую сетку.

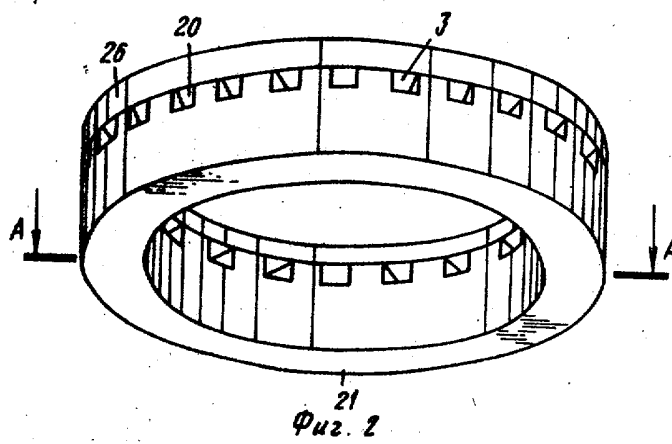
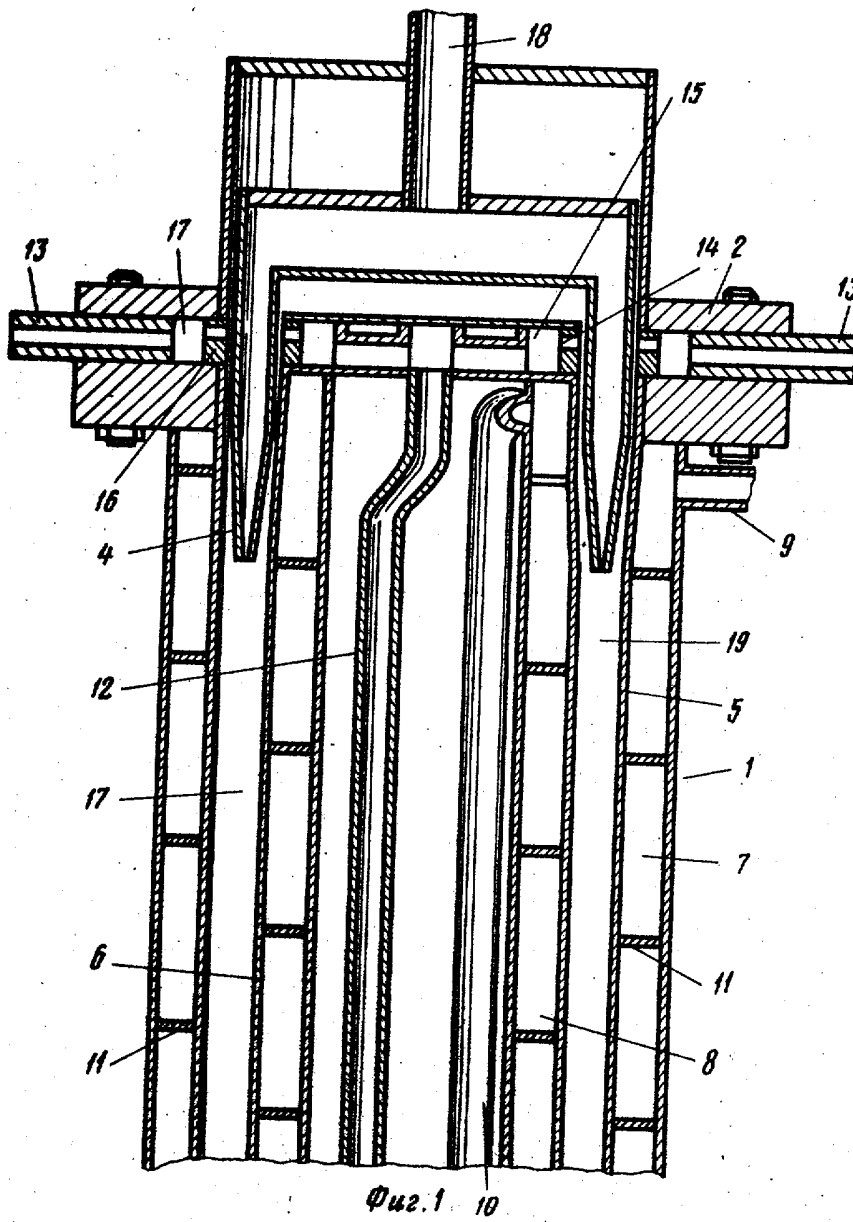
*** Необходимо немедленно остановить непрерывный процесс и очистить засоренную тканую сетку.

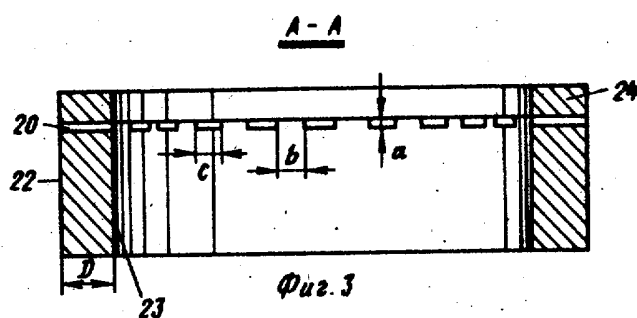
Согласно изобретению перепад давления (32 мм H_2O) является постоянным в течение 36 ч работы, в то время как перепад давления в известном устройстве возрастает с 400 до 1900 мм H_2O . Это ясно демонстрирует тот факт, что отверстия тканой сетки в известном устройстве со временем засоряются.

В соответствии с изобретением в процессе работы качество конечных продуктов поддерживается постоянным, в то время как качество конечных продуктов в известном устройстве с течением времени ухудшается, в частности окраска конечного продукта кроме того, становится необходимым

продукт, полученный после 24 или 36 ч работы, подвергать отбеливанию в последующей дополнительной операции отбеливания, которая отсутствует при использовании предлагаемого устройства.

С помощью известного устройства длительное и устойчивое непрерывное сульфирование нельзя проводить из-за засорения тканой сетки и снижения качества сульфированного продукта. При использовании предлагаемого устройства указанную работу осуществляют, не вызывая засорение прорезей и ухудшение качества сульфированного продукта.





Составитель Н.Кацовская

Редактор А.Курах Техред Ж.Кастелевич Корректор В.Гирняк

Заказ 153/54

Тираж 533

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР
по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д.4/5

Филиал ППП "Патент", г.Ужгород, ул.Проектная, 4