

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

93 862

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 15.04.75 (P. 179628)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 10.04.76

Opis patentowy opublikowano: 15.10.1979

MKP

B01d 53/14

Int. Cl.².

B01D 53/14

CZYTELNIA

Urzedu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Stanisław Bogdał, Henryk Kuczyński, Ryszard Maciak

Uprawniony z patentu : Politechnika Wroclawska,
Wroclaw (Polska)

Sposób oczyszczania siarkowodoru z dwusiarczku węgla metodą ciągłą

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania siarkowodoru z dwusiarczku węgla metodą ciągłą.

Dotychczas znanych jest wiele sposobów oczyszczania siarkowodoru z dwusiarczku węgla.

Znany jest sposób oczyszczania na drodze wykraplania dwusiarczku węgla z przemysłowego siarkowodoru. Ze względu na dużą prężność par dwusiarczku węgla, wynoszącą 350 mm Hg w temperaturze 20°C, daleko idące wykroplenie dwusiarczku węgla z przemysłowego siarkowodoru wymaga instalacji pracującej w zbyt niskich temperaturach. Oczyszczanie siarkowodoru tym sposobem jest jednak niepełne ponieważ zawiera z reguły kilka procent dwusiarczku węgla.

Znany jest sposób oczyszczania na drodze wiązania siarkowodoru przez wodorotlenek sodu i oddzielania go pod postacią siarczków sodu od dwusiarczku węgla. Sposób ten związany jest z odzyskiem dwusiarczku węgla przy produkcji siarczków sodu z przemysłowego siarkowodoru zanieczyszczonego dwusiarczkiem węgla. Sposób ten ze względu na łatwopalność i dużą toksyczność dwusiarczku węgla jest bardzo uciążliwy, a oprócz tego wymaga regeneracji siarkowodoru z siarczków, w przypadku kiedy zachodzi potrzeba korzystania z siarkowodoru gazowego.

Znany jest sposób oczyszczania na drodze wiązania dwusiarczku węgla przez aminy alifatyczne lub aromatyczne. Sposób polegający na wiązaniu dwusiarczku węgla przez aminy alifatyczne ma wyłącznie zastosowanie analityczne ze względu na małe zapotrzebowanie na tworzące się produkty. Sposób polegający na wiązaniu dwusiarczku węgla przez aminy aromatyczne, głównie anilinę, do dwufenyloctiamocznika należy do metod ciśnieniowych i ze względu na małą szybkość reakcji nie nadaje się do stosowania w warunkach bezciśnieniowych.

Ze względu na małą szybkość reakcji zachodzącą między gazem i cieczą nie nadają się do stosowania metody stosowane przy syntezie dwufenyloctiamocznika, w których przy stosowanym nadmiarze dwusiarczku węgla do aniliny reakcję zachodzącą w ciągu kilku godzin w fazie ciekłej katalizuje się pirydyną lub siarką. Z tych też względów odpadkowy siarkowodór zawierający dwusiarczek węgla poddaje się często spalaniu.

Istota sposobu oczyszczania siarkowodoru z dwusiarczku węgla według wynalazku polega na tym, że do wielostopniowego układu chemisorpcyjnego wprowadza się siarkowodór zawierający dwusiarczek węgla oraz

anilinę z dodatkiem mocnej zasady organicznej względnie jej mieszaniny z siarką zachowując przeciwprądowy przepływ cieczy i gazu. Niewielki dodatek do aniliny trójetyloaminy względnie dwumetylopropyloaminy wynoszący około 0,1% wagowego powoduje poważne przyspieszenie reakcji między aniliną i zawartym w siarkowododorze dwusiarczkiem węgla, w rezultacie czego szybkość reakcji chemisorpcji jest bardzo duża. Również bardzo dobre wyniki uzyskuje się przy użyciu do katalizowania tej reakcji mieszaniny mocnej zasady organicznej z siarką. Mieszanina taka z siarkowodorem tworzy rozpuszczalne również w anilinie wielosiarkowodorki. Zachodząca szybka reakcja między aniliną i dwusiarczkiem węgla jest reakcją odwracalną i w procesie oczyszczania siarkowodoru zawartość dwusiarczku węgla w gazie wylotowym zależy od stężenia dwufenylootiomocznika w anilinie. Najkorzystniejsze warunki oczyszczania siarkowodoru uzyskuje się przy zastosowaniu wielostopniowego chemisorbera wieżowego o działaniu ciągłym i przeciwprądowym, w którym stężenie dwufenylootiomocznika w anilinie na jego szczycie jest nieporównywalnie mniejsze niż w dolnych stopniach, co przy szybkiej reakcji chemisorpcji zapewnia daleko idące oczyszczanie. Przy zawartości dwufenylootiomocznika w anilinie wynoszącej 5%, zawartość dwusiarczku węgla w siarkowododorze wylotowym nie przekracza 1%, dla stosunku molowego oczyszczanego siarkowodoru do aniliny wynoszącego 3:2.

Zasadnicza korzyść techniczna wynikająca ze stosowania sposobu według wynalazku to proste oczyszczanie siarkowodoru z dwusiarczku węgla, umożliwiające wykorzystanie zarówno siarkowodoru w syntezie chemicznej, jak również zagospodarowanie dwusiarczku węgla przez kierowanie anilinowego roztworu dwufenylootiomocznika do syntezy 2-merkaptobenzotiazolu lub technicznego dwufenylootiomocznika.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest w przykładach wykonania.

Przykład I. Do 6-stopniowego chemisorbera wieżowego o wysokości 1000 mm i średnicy 30 mm wprowadza się w sposób ciągły i równomierny 0,2 mola/godz aniliny zawierającej 0,2% trójetyloaminy, oraz 0,3 mola/godz gazowego siarkowodoru zawierającego 20% dwusiarczku węgla zachowując przeciwprądowy przepływ cieczy i gazu. W czasie prowadzonego procesu w chemisorberze utrzymuje się temperaturę 89–90°C. Opuszczający chemisorber siarkowodór zawiera 0,5–0,6% dwusiarczku węgla, zaś masa reakcyjna 34–35% dwufenylootiomocznika.

Przykład II. Do chemisorbera jak w przykładzie I wprowadza się w sposób ciągły i równomierny 0,2 mola/godz aniliny zawierającej 0,2% dwumetylopropyloaminy, oraz 0,3 mola/godz gazowego siarkowodoru zawierającego 20% dwusiarczku węgla, przy zachowaniu warunków jak w przykładzie I. Opuszczający chemisorber siarkowodór zawiera 0,5% dwusiarczku węgla, zaś masa reakcyjna 35% dwufenylootiomocznika.

Przykład III. Do chemisorbera jak w przykładzie I wprowadza się w sposób ciągły i równomierny 0,2 mola/godz aniliny i zawierającej 0,16% trójetyloaminy i 0,5% siarki, oraz 0,3 mola/godz gazowego siarkowodoru zawierającego 20% dwusiarczku węgla, przy zachowaniu warunków jak w przykładzie I. Opuszczający chemisorber siarkowodór zawiera 0,3% dwusiarczku węgla, zaś masa reakcyjna 35% dwufenylootiomocznika.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób oczyszczania siarkowodoru z dwusiarczku węgla metodą ciągłą, z namiennym tym, że do wielostopniowego układu chemisorpcyjnego wprowadza się siarkowodór zawierający dwusiarczek węgla oraz anilinę z dodatkiem mocnej zasady organicznej względnie jej mieszaniny z siarką zachowując przeciwprądowy przepływ cieczy i gazu.