



0016 17/46

POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 38335

120, 17/46
Kl. 12 i, 20

Kielecka Fabryka Kwasu Siarkowego *)
Kielce, Polska

Urządzenie do ciągłego wytwarzania kwasu chlorosulfonowego z gazowego chlorowodoru i trójtlenku siarki

Patent trwa od dnia 8 lipca 1954 r.

Wynalazek dotyczy urządzenia do ciągłego wytwarzania kwasu chlorosulfonowego z gazowego chlorowodoru i trójtlenku siarki.

W znanych urządzeniach, służących do produkcji kwasu chlorosulfonowego, wprowadza się najczęściej chlorowódz do oleum, po czym z otrzymanego roztworu kwasu chlorosulfonowego w kwasie siarkowym oddestylowuje się kwas chlorosulfonowy. Znane są również urządzenia, w których suchy chlorowódz poddaje się reakcji z czystym, gazowym lub ciekłym trójtlenkiem siarki. We wspomnianych znanych urządzeniach wytwarzanie kwasu chlorosulfonowego jest kłopotliwe i kosztowne, poza tym nie można w nich prowadzić procesu w sposób ciągły. Główne niedogodności wynikają z trudności uregulowania dopływu stechiometrycznych ilości trójtlenku siarki i chlorowodoru. Jak wiadomo trójtlenek siarki łatwo ulega polimeryzacji przechodząc w stan stały, przy czym zatyka on

przewody urządzenia, poza tym regulowanie jego dopływu jest trudne z powodu dużej bezwładności procesu jego desorpcji z oleum. Kontrola ilości doprowadzanego trójtlenku siarki jest również utrudniona z powodu braku dobrze pracujących przyrządów pomiarowych.

W patencie niemieckim nr 228424 podano nieco inny sposób, pozwalający w pewnej mierze uniknąć niedogodności związanych z procesami znanymi, a mianowicie kosztownej destylacji oraz obawy zestalania się trójtlenku siarki w aparaturze. Według patentu tego reakcję trójtlenku siarki z chlorowodem przeprowadza się w kwasie chlorosulfonowym, wprowadzając gazowy chlorowódz do roztworu trójtlenku siarki w kwasie chlorosulfonowym lub też doprowadzając jednocześnie chlorowódz i trójtlenek siarki do kwasu chlorosulfonowego. W patencie nie podano konstrukcji urządzenia do wykonywania sposobu, wspomniano tylko, że

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcami wynalazku są Zygmunt Kestowicz, Ignacy Dudek, Leonard Cellari i Julian Wesolowski

sposób umożliwia ciągle wytwarzanie kwasu chlorosulfonowego. Przy praktycznym wykonywaniu sposobu według omawianego patentu niemieckiego okazało się, że nie jest on również pozbawiony szeregu niedogodności. Nie zachodzi wyprowadzić obaw zestawiania się trójtlenku siarki, jednakże prowadzenie procesu bez zakłóceń w sposób ciągły jest bardzo kłopotliwe, głównie z powodu wspomnianych wyżej trudności trwałego uregulowania dopływu reagentów w ilościach stechiometrycznych. Przy małych zaburzeniach w dopływie czy to trójtlenku siarki, czy też chlorowodoru, zachodzi możliwość przetrzucania reagentów do aparatur przeciwnych, przez co zarówno proces wytwarzania kwasu chlorosulfonowego ulega zakłóceniu, jak też następuje zanieczyszczenie np. chlorowodem zdesorbowanego oleum wracającego do fabryki kwasu siarkowego. W procesie według patentu niemieckiego trudno jest też utrzymać właściwą temperaturę reakcji, która winna się wahać w wąskich granicach w celu uniknięcia powstawania niepożądanych produktów.

Stwierdzono, że można uniknąć wszystkich wspomnianych trudności, związanych ze sposobem według patentu niemieckiego nr 228424, przez zastosowanie odpowiedniego urządzenia, będącego przedmiotem wynalazku.

Urządzenie według wynalazku przedstawiono schematycznie na załączonym rysunku. Składa się ono z zasadniczych czterech części, a mianowicie: reaktora 1, absorbera 2, chłodnicy ociekowej 3 oraz zbiornika dozującego 4.

Reaktor 1, wykonany z blachy stalowej, ma postać wieżyczki, zaopatrzonej wewnątrz, na pewnej wysokości od dna, w sito. Przestrzeń nad sitem wypełniona jest porcelanowymi pierścieniami Raschiga. Z boku reaktora, mniej więcej w połowie jego wysokości, dochodzi przewód, zaopatrzony w zawór zwrotny 6, który to przewód służy do doprowadzania gazowego chlorowodoru. Przewód ten wewnątrz reaktora, między pierścieniami Raschiga, zakończony jest pionową rurą, zaopatrzoną w liczne otwory. U góry reaktora wmontowana jest dysza, za pomocą której zrasza się pierścienie Raschiga kwasem chlorosulfonowym, schłodzonym w chłodnicy ociekowej 3. Z boku reaktora, nieco powyżej sita, dochodzi przewód, którym doprowadza się ze zbiornika dozującego 4 mieszanek kwasu chlorosulfonowego z trójtlenkiem siarki. Przestrzeń między sitem a dnem reaktora służy jako zbiornik wytwarzanego kwasu chlorosulfonowego. Poziom kwasu wskazuje załączony cie-

czowskaz. U samego dna reaktora znajduje się króciec, którym pompa pobiera kwas chlorosulfonowy.

Absorber 2, wykonany z blachy stalowej, posiada postać chłodnicy rurkowej. Rurkami przechodzi kwas chlorosulfonowy tłoczony pompą oraz trójtlenek siarki, doprowadzany z desorbera, przy czym następuje zmieszanie obu tych substancji i wytworzenie mieszanek, która gromadzi się w dołączonym zbiorniku dozującym 4. Absorber posiada chłodzenie wodne. Wodę chłodzącą doprowadza się u dołu do płaszcza wodnego absorbera, a odprowadzać można ją trzema kranami, umieszczonymi na różnych poziomach.

Chłodnica ociekowa 3, wykonana z rur stalowych, służy do oziębiania kwasu chlorosulfonowego, tłoczonego przez pompę do dyszy reaktora. Chłodnica ta zraszana jest wodą i posiada zwykłą budowę.

Zbiornik dozujący 4 wykonany jest z blachy stalowej. Posiada on u góry otwór do połączenia z absorberem, a u dołu otwór do połączenia, poprzez zawór i szkło wziernikowe, z reaktorem.

Opisane urządzenie działa w następujący sposób: Gazowy trójtlenek siarki, otrzymywany przez desorpcję oleum 20%-ego, kieruje się do absorbera 2, do którego jednocześnie doprowadza się część kwasu chlorosulfonowego, pobieranego przez pompę z dolnej części reaktora 1. W absorberze następuje zmieszanie kwasu chlorosulfonowego z trójtlenkiem siarki, przy czym mieszanek można chłodzić do temperatury pożądanej za pomocą wody przepuszczanej przez płaszczy wodny. Wytworzona mieszanek spływa poprzez szkło wziernikowe 7, do zbiornika dozującego 4. Ze zbiornika tego dozuje się nagromadzoną w nim mieszanek, poprzez zawór i szkło wziernikowe 7, do reaktora 1. Włączenie zbiornika dozującego 4 pozwala na niezależenie się od zmiennych ilości trójtlenku siarki, otrzymywanych z desorberów. Mieszanek, doprowadzana ze zbiornika dozującego 4 do reaktora 1, napotyka w nim gazowy chlorowódor, dochodzący poprzez zawór zwrotny 6 i rozprawdany równomiernie w reaktorze dzięki zastosowaniu rury z otworami. Reakcję pomiędzy cieklą mieszanek a gazowym chlorowodem ułatwia wypełnienie reaktora pierścieniami Raschiga tak, że nawet przy małym stężeniu trójtlenku siarki w mieszanek można uzyskać dużą wydajność urządzenia i całkowite wykorzystanie chlorowodoru. W razie ewentualnych

zaburzeń w dopływie gazowego chlorowodoru, zawór zwrotny 6 uniemożliwia przedostawanie się trójtlenku siarki do przewodu doprowadzającego chlorowodór. Temperaturę w reaktorze, która najkorzystniej powinna wynosić około 40°C, reguluje się przez stosowanie odpowiedniej temperatury mieszanki, doprowadzanej, ze zbiornika dozującego, oraz przez zraszanie wypełnienia reaktora za pomocą dyszy kwasem chlorosulfonowym, oziębionym w chłodnicy ociekowej 3.

Kwas chlorosulfonowy, składający się z kwasu użytego jako środowisko reakcyjne oraz kwasu wytworzonego w wyniku reakcji trójtlenku siarki z chlorowodorem, gromadzi się w dolnej części reaktora i pobierany jest stąd przez pompę, która tłoczy go w trzech kierunkach. Część kwasu odprowadzana jest jako gotowy produkt do magazynu, część kierowana jest do chłodnicy ociekowej 3, skąd po oziębieniu wraca do reaktora jako kwas zraszający, wreszcie część przechodzi do absorbera 2, gdzie ulega zmieszaniu z trójtlenkiem siarki.

Urządzenie według wynalazku jest bardzo proste w budowie, a umożliwia wytwarzanie kwasu chlorosulfonowego w sposób ciągły, bez obawy zakłóceń, powodowanych nierównomiernym dopływem reagentów lub nieodpowiednią temperaturą reakcji.

Zastrzeżenia patentowe

1. Urządzenie do ciągłego wytwarzania kwasu chlorosulfonowego z gazowego chlorowodoru i trójtlenku siarki, przez działanie chlorowodorem na mieszankę trójtlenku siarki z kwasem chlorosulfonowym, znamienne tym, że składa się z reaktora (1), posiadającego postać wieżyczki, przedzielonej sitem na górną część reakcyjną, wypełnioną pierścieniami Raschiga, oraz dolną część, stanowiącą zbiornik wytwarzanego kwasu, przy czym górna część zaopatrzona jest w doprowadzenie gazowego chlorowodoru, doprowadzenie mieszanki kwasu chlorosulfonowego z trójtlenkiem siarki oraz dyszę zraszającą wypełnienie kwasem chlorosulfonowym,

a dolna część — w odprowadzenie wytworzonego kwasu, z absorbera (2) posiadającego postać chłodnicy rurkowej chłodzonej wodą, w której gazowy trójtlenek siarki ulega zmieszaniu z kwasem chlorosulfonowym, z chłodnicy ociekowej (3), w której część kwasu pobieranego przez pompę z dolnej części reaktora ulega ochłodzeniu, przed doprowadzeniem jej do dyszy reaktora, oraz ze zbiornika dozującego (4), w którym gromadzi się mieszankę, wytworzoną w absorberze (2), i dozuje ją do reaktora.

2. Urządzenie według zastrz. 1, znamienne tym, że doprowadzenie gazowego chlorowodoru do reaktora (1) zaopatrzone jest w zawór zwrotny (6), uniemożliwiający, w razie zakłóceń w dopływie chlorowodoru, przedostawanie się trójtlenku siarki do przewodu doprowadzającego chlorowodór.
3. Urządzenie według zastrz. 1, 2, znamienne tym, że doprowadzenie gazowego chlorowodoru do reaktora (1) zakończone jest wewnątrz reaktora, między pierścieniami Raschiga, pionową rurą, zaopatrzoną w liczne otwory.
4. Urządzenie według zastrz. 1 — 3, znamienne tym, że doprowadzenie mieszanki trójtlenku siarki z kwasem chlorosulfonowym ze zbiornika dozującego (4) do reaktora (1) zaopatrzone jest w zawór oraz szkło wziernikowe (7).
5. Urządzenie według zastrz. 1 — 4, znamienne tym, że płaszcz wodny absorbera (2) posiada u dołu doprowadzenie wody chłodzącej oraz na różnych poziomach trzy krany do odprowadzania wody.
6. Urządzenie według zastrz. 1 — 5, znamienne tym, że przewód między absorberem (2) a zbiornikiem dozującym (4) zaopatrzony jest w szkło wziernikowe (7).
7. Urządzenie według zastrz. 1 — 6, znamienne tym, że dolna część reaktora, stanowiąca zbiornik wytwarzanego kwasu, zaopatrzona jest w cieczoowskaz.

Kielecka Fabryka Kwasu
Siarkowego

