



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

226650

(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
C 01 B 17/033

(22) Prihlásené 04 11 82
(21) (PV 7866-82)

(40) Zverejnené 24 06 83

(45) Vydané 15 02 86

(75)
Autor vynálezu

FANČOVIČ KAROL ing. CSc., HAUSKRECHT PETER ing., BRATISLAVA,
ČERVENKA ZDENĚK ing., MICHALOVCE, ŠTIBRANYI LADISLAV ing. CSc.,
BRATISLAVA

(54) Spôsob čistenia odpadnej síry a zariadenie pre vykonávanie tohto spôsobu

1

Vynález sa týka spôsobu a zariadenia pre čistenie odpadnej síry s pomocou ktorých je možné zo znečistenej odpadnej síry pripraviť kryštalickú síru energeticky nenáročným postupom, ktorý súčasne vyhovuje požiadavkám ekológie.

V závodoch na ťažbu a spracovanie síry vzniká určité množstvo nespracovateľnej, odpadnej, elementárnej síry o koncentrácii 5 až 95 % hmotnosti, pričom zvyšok je tvorený prevažne anorganickými nečistotami, ako sú hlina, piesok, kamene, tiež organické nečistoty a voda. Tento odpad je možné spracovať na zastaralých výrobniach kyseliny sírovej, kde sa ako surovina spracováva pyrit, alebo tiež sa vyváža na skládku tuhých odpadov, kde časom prechádza samovoľne v prírodných podmienkach na kyselinu sírovú, ktorá preniká do spodných vôd, zhoršuje ekologickú situáciu. V prípade vzniku požiaru na skládke tuhých odpadov vznikajú toxické oxidy síry.

Predmetom vynálezu, ktorý odstraňuje uvedené nevýhody je spôsob čistenia odpadnej síry extrakciou rozpúšťadlom, ktorým je aromatický, alkylaromatický, cyklánický alebo alkylcyklánický uhlíkovodík alebo ich zmesou, s počtom atómov uhlíka v molekule rovnom 6 až 7 pri teplote pod teplotou varu tohoto rozpúšťadla, pričom rozpúšťadlo sa odparuje nepretržite z extraktu, kondenzuje a po oddelení vody extrahuje síru, ktorá kryštalizuje v rozpúšťadle, oddelí sa a rozpúšťadlo sa opätovne použije.

Zariadenie pre čistenie odpadnej síry pozostáva z mlynu, zásobníka suroviny a dávkovača napojených na extraktor spojený s oddeľovačom vody a chladičom, ďalej spojený s odparovačom, na ktorý je napojený zásobník rozpúšťadla, filter spojený so zásobníkom produktu a tiež na vymrazovač a na vývevu.

Výhodou vynálezu je získanie síry o vysokej čistote z odpadných surovín.

Všeobecne je známe, že elementárna síra sa prakticky nerozpúšťa v organických a anorganických rozpúšťadlách za normálnych podmienok. Dobro rozpustná je len v sírouhlíku, ktorého technické využitie je obmedzené jeho nezhodnými vlastnosťami, ako je nízka tenzia pár, horľavosť, toxicita a podobne. Pre čistenie odpadnej síry je možné využiť poznatok čiastočnej rozpustnosti síry v aromatických, alkylaromatických, cyklánických alebo alkylcyklánických uhľovodíkoch alebo ich zmesiach, s počtom atómov uhlíka v molekule rovným 6 až 7 za bežnej teploty a pri teplote pod bodom varu. Z uhľovodíkov vyhovujúcich spomenutej podmienke je možné použiť benzén, toluén, cyklohexán, metylcyklohexán, metylcyklopentán, etylcyklopentán a dimethylcyklopentány, ktoré sú komerčne dostupné za prijateľnú cenu a práca s nimi je zvládnuteľná tak, aby nepredstavovali nebezpečenstvo pre obsluhu z hľadiska toxikológie.

Je výhodné surovinu mletím upraviť na jemné zrnienie, čo urýchli proces extrakcie produktu. Stupeň jej extrakcie sa riadi súladom ekonomických a ekologických požiadaviek, pričom amorfna síra sa rozpúšťa pomalšie ako kryštalická. Podľa voľby druhu rozpúšťadla a jeho množstva je možné obdržať produkt vo forme kryštálov pri použití benzénu alebo vo forme kryštálov a/alebo taveniny ak je extrahovadlo napr. toluén. Ako filtračný materiál v extraktore je možné použiť keramiku alebo rôzne plachietky, tiež vo filtri, ktorý môže byť nahradený aj odstredivkou. Rozpúšťadlo je možné recyklovať za rôznej teploty, bez úpravy s malým množstvom rozpustenej síry; v prípade nahromadenia kyseliny sírovej, solí alebo organických nečistôt, je potrebná jeho dôkladná regenerácia premytím vodou a/alebo destiláciou. Voda obsiahnutá v surovine sa azeotropicky oddelí a oddeľovačom vody odvedie mimo systému; jej prítomnosť predlžuje dobu extrakcie. Produkt sa izoluje oddelením rozpúšťadla a prípadne presatím vzduchu; je výhodné produkt na filtri premyť rozpúšťadlom.

V prípade získania produktu vo forme taveniny sa táto môže za miešania ochladiť do vzniku kryštálov alebo ju oddeliť ako takú. V zostave zariadenia uvádzanú vývevu je vhodné chrániť vymrazovačom; vymrazené podiely je možné vracat do procesu. Odpadná voda z oddeľovača vody obsahuje stotiny percenta rozpusteného rozpúšťadla, jej asanácie vyžaduje len bežné metódy. Tuhý odpad rezultujúci z procesu neobsahuje škodlivé látky, v závislosti na hĺbke extrakcie môže obsahovať určité malé množstvo nevyextrahovanej síry. Takýmto spôsobom pripravená síra sa vyznačuje vysokou čistotou, neobsahuje vodu, a je použiteľná nielen pre výrobu kyseliny sírovej, ale aj pre iné, náročnejšie účely. Pri jej príprave sa neprodukuje prakticky žiadne exhaláty. Aparatúry použité pri prevedení tohoto spôsobu sú konštrukčne nenáročné, jednoducho obsluhovateľné bez veľkých nárokov na fyzickú prácu, ich energetická náročnosť je vysoko rentabilná, môže sa využiť nízkotlaká para. Je možná ich kontinuálna alebo polokontinuálna, prípadne zdvojenie kľúčových uzlov, čím sa dosiahne ďalšia časová úspora. Vhodným iným logickým prepojením aparátov je možné napríklad na transport kvapalných médií použiť vývevu. Ďalej uvedená zostava aparátov je len jednou z početných variácií, pričom základ je tvorený extraktorom, odparovačom, chladičom a filtrom. Na uvedenom zariadení je možné tiež regenerovať rozpúšťadlo.

Príklad konštrukcie zariadenia podľa vynálezu je znázornený na pripojenom obrázku, ktorý predstavuje celkovú schému jedného z možných aparatúrnych zapojení pre získavanie síry z odpadnej síry, ktoré pozostáva z mlynu 1 určeného na drvenie suroviny, za ktorým je zásobník suroviny 2 a dávkovač 3, ústiaci do extraktora 4. Extraktor 4 je spojený s chladičom 7, opatreným oddeľovačom vody 6 a odparovačom 5. Na odparovač 5 je napojený zásobník rozpúšťadla 8, filter 9 a zásobník produktov 10, ďalej vymrazovač 11 a výveva 12.

Spôsob podľa tohoto vynálezu bol overený na improvizovanom laboratórnom zariadení, výsledky sú uvedené v nasledujúcich príkladoch. Čas potrebný na extrakciu je závislý na konštrukcii extrakčného aparátu.

P r í k l a d

Na elektrickom variči s príkonom 220 W je zaizolovaná kuželovitá Erlenmeyerová banka o obsahu 750 ml, opatrená bočným tubusom na teplomer, ďalej s napojeným extrakčným prístrojom podľa Soxhleta s fritovou vložkou S 1 o objeme 200 ml alebo s papierovou vložkou s chladičom podľa Dimrotha.

Extrahuje sa 130 g odpadnej síry o zložení 95,2 % hmotnosti síry, 3,45 % hmotnosti popola, pričom zvyšok tvorili živícnaté látky a voda, rozpúšťadlom o objeme 300 ml. Po skončení extrakcie a ochladení sa vylúčená síra odfiltruje cez fritu S 1 a vysuší.

Azeotropicky vynesená voda sa zachytila vo vyšších polohách chladiča vo forme kvapiek.

Výsledky sú uvedené v nasledujúcej tabuľke.

Okrem zamýšľaného účelu je možné použiť predmet vynálezu aj na dávkovanie síry do rôznych reakčných systémov.

T a b u ľ k a

Pokus číslo	Rozpúšťadlo	Teplota varu (°C)	Doba extrakcie (min)	Množstvo vyextrahovanej síry (% hmotnosti)	Popol (% hmotnosti)	Prchavé látky (% hmotnosti)	Poznámka
1	benzén	80	210	96,9	0,06	0,02	
2	toluén	111	130	98,7	0,10	0,05	
3	cyklohexán	81	200	98,2	0,07	0,10	
4	toluén	111	150	98,1	0,05	0,02	amorfná síra

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob čistenia odpadnej síry význačný tým, že odpadná síra sa extrahuje rozpúšťadlom, ktorým je aromatický, alkylaromatický, cyklánický alebo alkylcyklánický uhlíkovodík alebo ich zmesou s počtom atómov uhlíka v molekule rovnom 6 až 7 pri teplote pod teplotou varu tohoto rozpúšťadla, pričom rozpúšťadlo sa odparuje nepretržite z extraktu, kondenzuje a po oddelení vody extrahuje síru, ktorá kryštalizuje v rozpúšťadle, oddelí sa a rozpúšťadlo sa opätovne použije.

2. Zariadenie pre vykonávanie spôsobu podľa bodu 1, vyznačené tým, že pozostáva z mlynu (1), zásobníka suroviny (2) a dávkovača (3), napojených na extraktor (4) spojený s oddeľovačom vody (6) a chladičom (7), ďalej spojený s odparovačom (5), na ktorý je napojený zásobník rozpúšťadla (8), filter (9) spojený so zásobníkom produktu (10) a tiež cez vymrazovač (11) na vývevu (12).

1 výkres

