



**Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein**

Schweizerisch-liechtensteinischer Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑳ Gesuchsnummer: 6453/81

㉒ Anmeldungsdatum: 08.10.1981

③① Priorität(en): 04.11.1980 DE 3041564

㉔ Patent erteilt: 14.03.1986

④⑤ Patentschrift veröffentlicht: 14.03.1986

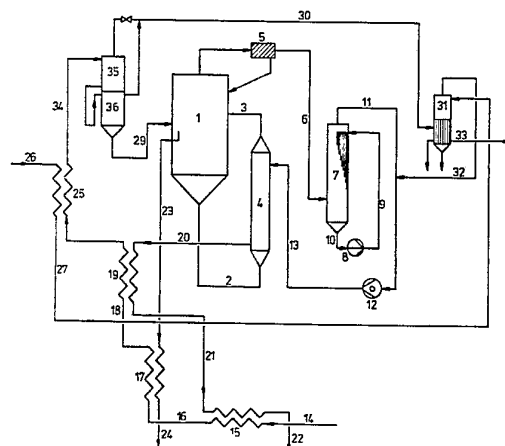
⑦③ Inhaber:  
Ebner & Co. KG Anlagen und Apparate, Eiterfeld (DE)

⑦② Erfinder:  
Ebner, Karl, Oberursel (DE)  
Ebner, Stefan, Oberursel (DE)

⑦④ Vertreter:  
Ritscher & Seifert, Zürich

⑤④ Verfahren zum Eindampfen wässriger Lösungen.

⑤⑦ Bei dem Verfahren zum Eindampfen wässriger Lösungen, die flüchtige Bestandteile enthalten, insbesondere zum Eindampfen saurer Spinnbadlösungen, die Schwefelwasserstoff und/oder Schwefelkohlenstoff enthalten, wird die Temperatur der einzudampfenden Lösung vor dem Eindampfen auf eine Temperatur erhöht, die über der zum Eindampfen erforderlichen Temperatur liegt, und zwar so weit, dass die Lösung zum Abziehen der flüchtigen Bestandteile zunächst entspannt und dann nach der Entspannung bei atmosphärischem Umgebungsdruck in einem Eindampfer (1) eingedampft werden kann. Der aus dem Entspanner (35, 36) abgezogene Brüden wird in einem nachgeschalteten Austauscherverdampfer (31) kondensiert, in dem durch diese Kondensation sekundärseitig ein reiner Wasserdampf erzeugt wird, der dem aus dem Eindampfer (1) abgezogenen Brüden nach dem Waschen und vor oder nach einem in die Anlage eingeschalteten Brüdenverdichter (12) zur Energierückführung zugeführt wird. Dem mit dem Entspannungsbrüden betriebenen Verdampfer (31) wird sekundärseitig vorzugsweise das Kondensat des Heizdampfes zugeführt, mit dem die einzudampfende Frischlösung einlaufseitig aufgeheizt wird.



## PATENTANSPRÜCHE

1. Verfahren zum Eindampfen wässriger Lösungen, insbesondere Spinnbadlösungen, die flüchtige Bestandteile enthalten, unter Verwendung eines Brüdenverdichters (12), dadurch gekennzeichnet, dass die Temperatur der Lösung vor dem Eindampfen so weit über die zum Eindampfen erforderliche Temperatur erhöht wird, dass die Lösung zum Abziehen der flüchtigen Bestandteile zunächst entspannt und dann bei atmosphärischem Umgebungsdruck in einem Eindampfer (1) eingedampft werden kann, und dass der bei der Entspannung entstehende, die flüchtigen Bestandteile enthaltende Wasserdampf in einem nachgeschalteten Verdampfer (31) kondensiert und dabei im Verdampfer (31) sekundärseitig reiner Wasserdampf erzeugt wird, der vor oder nach dem Brüdenverdichter (12) dem Eindampferbrüden zugeführt wird.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Lösung auf eine um 10 bis 15 °C über der Eindampftemperatur liegende Temperatur erwärmt wird.

3. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass dem Heizkörper des Verdampfers (31) ein Kühler nachgeschaltet ist, in dem der Entspannungsbrüden nachkondensiert wird.

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass dem mit dem Entspannungsbrüden betriebenen Verdampfer (31) das Kondensat des Heissdampfes zugeführt wird, mit dem die einzudampfende Lösung aufgeheizt wird.

5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass die einzudampfende wässrige Lösung eine Schwefelwasserstoff und/oder Schwefelkohlenstoff enthaltende Spinnbadlösung ist.

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zum Eindampfen wässriger Lösungen der im Oberbegriff des Patentanspruchs 1 genannten Art.

Das erfindungsgemässe Verfahren ist besonders zum Eindampfen von meist schwefelsauren Spinnbadlösungen bedeutsam, die Schwefelwasserstoff und/oder Schwefelkohlenstoff enthalten.

Bei der Herstellung von Rayon und Zellwolle aus Viskose müssen erhebliche Wassermengen verdampft werden, die mit der Viskose in das Spinnbad gelangen. Zu diesem Zweck werden gebräuchlicher Weise Vakuumeindampfanlagen mit mindestens drei Verdampferstufen verwendet. Aus Gründen der Energieeinsparung werden zum Eindampfen der Spinnbadlösungen seit jüngerer Zeit auch sogenannte Entspannungseindampfanlagen mit üblicherweise mindestens 10 Eindampfstufen verwendet. Die im Kreislauf geführte Spinnbadlösung wird zunächst stufenweise vorgewärmt und anschliessend stufenweise entspannt. Dabei wird der grösste Teil des bei den Entspannungen entstehenden Wasserdampfes wieder zum Erwärmen der im Kreislauf geführten Spinnbadlösung verwendet. In solchen Entspannungseindampfanlagen kann der spezifische Heizdampfverbrauch bis auf eine Grössenordnung von 0,25 bis 0,3 kg/kg Wasserverdampfung gesenkt werden.

Trotz dieses eindrucksvoll geringen Heizdampfverbrauches in Entspannungseindampfanlagen kann dort, wo elektrische Energie preiswert zur Verfügung steht, die Gesamtanlage wirtschaftlicher betrieben werden, wenn zum Eindampfen der Spinnbadlösungen Brüdenverdichter eingesetzt werden.

Beim Eindampfen von Spinnbadlösungen mit Brüdenverdichtern muss der aus dem Eindampfer abgezogene Brü-

den gewaschen und neutralisiert werden. Mit dem Brüden mitgerissene Tröpfchen der einzudampfenden Spinnbadlösungen enthalten nämlich in aller Regel Schwefelsäure, Natriumsulfat und Zinksulfat, die bei Kompression des Brüden im Brüdenverdichter zur Krustenbildung und Korrosion führen.

Bei dem Eindampfen solcher Spinnbadlösungen ist weiterhin zu berücksichtigen, dass die Lösungen auch flüchtige Bestandteile, insbesondere Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff enthalten. Diese flüchtigen Bestandteile müssen zumindest im wesentlichen aus der einzudampfenden Spinnbadlösung entfernt werden, wenn verhindert werden soll, dass sich während des Eindampfens der Lösungen Ablagerungen an den Austauschflächen, beispielsweise an den Heizrohren, des Eindampfers bilden. Solche Ablagerungen sind im Fall der Spinnbadlösungen insbesondere Schwefelverbindungen, speziell Zinksulfid. Die Bildung der Ablagerungen und Verkrustungen führt zu einer Verschlechterung des Wärmeüberganges und damit zu einer Verschlechterung der Energiebilanz der Anlage.

In bekannten Anlagen erfolgt das Austreiben von Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff aus den einzudampfenden Spinnbadlösungen meist in grossen Behältern, in denen durch die üblicherweise ca. 40 bis 50 °C warme Spinnbadlösung Luft gedrückt wird. Auch ist bekannt, den Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff im Vakuum aus der Spinnbadlösung abzuziehen. Zu diesem Zweck wird die Spinnbadlösung im Vakuum um 1 oder 2 °C abgekühlt und werden der Schwefelwasserstoff und/oder der Schwefelkohlenstoff mit dem bei der Vakuumkühlung entstehenden Wasserdampf abgezogen.

Wenn das Eindampfen der Spinnbadlösungen, die üblicherweise eine Temperatur im Bereich von ca. 40 bis 50 °C haben, unter Einsatz von Brüdenverdichtern durchgeführt werden soll, erfordert dies verhältnismässig grosse und teure Brüdenverdichter. Zusätzlich müssen dem Brüdenverdichter zur Deckung der Strahlungsverluste, bezogen auf die zu verdampfende Wassermenge, ca. 5 Gew.-% Heizdampf sowie eine weitere Menge Heizdampf zugesetzt werden, wobei diese weitere Heizdampfzufuhr dem Zweck dient, das beim Abziehen der flüchtigen Bestandteile um 1 bis 2 °C abgekühlte Spinnbad wieder auf seine ursprüngliche Temperatur zu erwärmen.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zum Eindampfen wässriger Lösungen, insbesondere Spinnbadlösungen, unter Verwendung eines Brüdenverdichters zu schaffen, das den Einsatz wesentlich kleinerer und preiswerterer Brüdenverdichter ermöglicht und die abgezogenen flüchtigen Bestandteile gegenüber dem Stand der Technik verbessert nutzt.

Zur Lösung dieser Aufgabe schafft die Erfindung ein Verfahren der eingangs genannten Art, das erfindungsgemäss die im kennzeichnenden Teil des Patentanspruchs 1 genannten Merkmale aufweist.

Das Wesen der Erfindung liegt also darin, die die flüchtigen Bestandteile enthaltende einzudampfende wässrige Lösung zunächst bis auf eine Temperatur zu erwärmen, die deutlich über der zum Eindampfen benötigten Eindampftemperatur liegt, die Lösung dann zum Zweck des Abziehens der flüchtigen Bestandteile zu entspannen, und zwar so weit zu entspannen, dass sie anschliessend unter atmosphärischem Umgebungsdruck in einem Eindampfer eingedampft werden kann, und dass dann der bei dieser Entspannung entstehende, die flüchtigen Bestandteile enthaltende Brüden in einem nachgeschalteten Austauscherverdampfer kondensiert wird, in dem sekundärseitig ein Wasserdampf erzeugt wird, der vor oder nach dem Brüdenverdichter dem aus dem Eindampfer abgezogenen Brüden zugeführt wird.

Beim Eindampfen einer wässrigen Spinnbadlösung, die gebräuchlicherweise mit einer Temperatur von 40 bis 50 °C anfällt, bietet dies u. a. den Vorteil, dass die gesamte Anlage nicht im Vakuum betrieben werden muss, sondern unter atmosphärischer Spannung bei einer Temperatur im Bereich von ca. 104 bis 106 °C im Eindampfer betrieben werden kann. Die einzudampfende, Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff enthaltende Spinnbadlösung wird dann zunächst auf eine um 15 °C, vorzugsweise 20 °C über der Eindampfer Temperatur von 104 bis 106 °C liegende Temperatur erwärmt. Die bis in den Bereich von ca. 120 bis 130 °C erwärmte Spinnbadlösung wird dann nach dem Entspannen und Abziehen des Schwefelwasserstoffs und Schwefelkohlenstoffs in den eigentlichen Eindampfer geführt, in dem sie unter Atmosphärendruck bei 104 bis 106 °C eingedampft wird. Dabei erfolgt die anfängliche zusätzliche Erhöhung der Temperatur der Lösung um 15 bis 20 °C vorzugsweise unter Einsatz von Frischdampf. Die dabei für die Erwärmung der Spinnbadlösung über die Eindampfer Temperatur erforderliche Heizdampfmenge entspricht zumindest im wesentlichen gerade der Dampfmenge, die der Gesamtanlage zugeführt werden muss, um das Wärmegleichgewicht aufrechtzuerhalten.

Die auf eine über der Eindampfer Temperatur liegende höhere Temperatur erwärmte einzudampfende Lösung wird vorzugsweise in zwei hintereinandergeschalteten Entspannern abgekühlt. Der bei dieser Entspannung entstehende Wasserdampf nimmt die gleichzeitig aus der Lösung freiwerdenden flüchtigen Bestandteile, im Fall der Spinnbadlösung also den freigesetzten Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff, mit.

Der aus den beiden Entspannern abgezogene Brüden, der ein Gemisch aus Wasserdampf und dem grössten Teil der in der einzudampfenden Lösung ursprünglich enthaltenen flüchtigen Bestandteil ist, wird anschliessend einem Verdampfer zugeführt, in dem der Wasserdampf zum grössten Teil kondensiert und die flüchtigen Bestandteile, insbesondere also der Schwefelwasserstoff und der Schwefelkohlenstoff einer Spinnbadlösung, in hoher Konzentration und unter Atmosphärendruck oder nur geringfügig darüber liegendem Druck zur Weiterverwertung anfallen. Bei dieser Kondensation wird im Verdampfer reiner Wasserdampf erzeugt, der sekundärseitig zur Verfügung steht und der Eindampferanlage je nach den Druckverhältnissen entweder vor dem Brüdenverdichter oder nach dem Brüdenverdichter zugeführt wird. Auf diese Weise kann der beim Entspannen und Abziehen der flüchtigen Bestandteile der Spinnbadlösung entzogene Wärmeanteil zum grössten Teil wieder in die Eindampferanlage zurückgeführt werden, und zwar ohne dabei eine erneute Kontamination durch die entfernten flüchtigen Bestandteile hinnehmen zu müssen.

Die Erfindung ist im folgenden anhand eines Ausführungsbeispiels in Verbindung mit der Zeichnung näher erläutert. Dabei zeigt die einzige Figur das Fließschema einer Anlage zur Durchführung des Verfahrens der Erfindung.

Die in der Fig. gezeigte Anlage dient dem Eindampfen einer schwefelsauren Spinnbadlösung, die Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff enthält. Die Spinnbadlösung wird im Eindampfer 1 eingedampft. Der Eindampfer 1 wird über einen aussenliegenden Heizkörper 4 beheizt, der mit dem Eindampfer über Kreislaufleitungen 2 und 3 verbunden ist. Der im Eindampfer 1 entstehende Wasserdampf wird über einen Tropfenabscheider 5 und eine anschliessende Leitung 6 in einen Wäscher 7 überführt. Im Wäscher 7 wird der Eindampferbrüden mit einer im Kreislauf gehaltenen Waschflüssigkeit berieselt, in der noch im Brüden enthaltene Schwefelsäure, Zinksulfat, Natriumsulfat und gegebenenfalls enthaltenes Magnesiumsulfat absorbiert werden. Die

Waschflüssigkeit wird über die Umwälzpumpe 8 und die Rohrleitungen 9 und 10 im Umlauf gehalten.

Der nunmehr gereinigte Eindampferbrüden wird nach der Wäsche über eine Leitung 11 von einem Brüdenverdichter 12 angesaugt und auf den erforderlichen Heizdampfdruck komprimiert. Der auf Heizdampfdruck komprimierte Eindampferbrüden wird dann über eine Rohrleitung 13 dem Heizkörper 4 des Eindampfers 1 zugeführt. Das aus dem Heizkörper 4 ablaufende Kondensat wird über eine Leitung 20 zunächst einem Wärmeaustauscher 19 und anschliessend über eine Leitung 21 einem zweiten Wärmeaustauscher 15 zugeführt und schliesslich über eine Leitung 22 aus der Anlage abgezogen.

Die aus dem Eindampfer 1 ablaufende eingedampfte Spinnbadlösung wird über eine Rohrleitung 23, einen als Vorwärmer dienenden Wärmeaustauscher 17 und schliesslich eine Ausgangsleitung 24 wieder dem Spinnbadkreislauf zugeführt.

Die dem Spinnbadkreislauf entnommene einzudampfende Spinnbadlösung wird der Eindampferanlage über eine Zulaufleitung 14 zugeführt. Die einzudampfende Spinnbadlösung durchströmt zunächst den Wärmeaustauscher 15, in dem sie durch das aus dem Heizkörper 4 ablaufende Kondensat vorgewärmt wird.

Anschliessend gelangt die vorgewärmte Spinnbadlösung über eine Leitung 16 in einen zweiten Wärmeaustauscher, nämlich den Wärmeaustauscher 17, in dem sie durch die aus dem Eindampfer 1 über die Leitung 23 ablaufende eingedampfte Spinnbadlösung weiter vorgewärmt wird.

Über eine Leitung 18 gelangt die nun bereits zweimal vorgewärmte zulaufende und einzudampfende Spinnbadlösung in einen dritten Wärmeaustauscher 19, in dem sie durch das unmittelbar aus dem Heizkörper 4 ablaufende Kondensat weiter erwärmt wird.

Die den dritten Wärmeaustauscher 19 verlassende relativ hoch vorgewärmte Spinnbadlösung gelangt dann in einen Erhitzer 25, in dem sie auf eine Temperatur erwärmt wird, die um ca. 10 bis 15° über der Temperatur der Spinnbadlösung im Eindampfer 1 liegt. Der Erhitzer 25 wird über eine Speiseleitung 26 mit Heizdampf beheizt. Der über die Leitung 26 zugeführte Heizdampf verlässt den Erhitzer 25 über eine Leitung 27 als Kondensat.

Die im Erhitzer 25 aufgeheizte Spinnbadlösung wird über eine Rohrleitung 34 einem aus zwei Stufen 35, 36 bestehenden Entspanner zugeführt. In diesem Entspanner wird die Spinnbadlösung stufenweise entspannt und abgekühlt, wobei der bei der Entspannung freiwerdende Wasserdampf in der Spinnbadlösung enthaltenen Schwefelwasserstoff und Schwefelkohlenstoff bis auf geringe Spuren aufnimmt und mitnimmt, die noch in der Lösung verbleiben. Die in diesen beiden Entspannern praktisch vollständig entgaste, d. h. von den flüchtigen Bestandteilen befreite Spinnbadlösung wird dann über eine Leitung 29 dem Eindampfer 1 mit Eindampfer Temperatur zugeführt und dort unter Atmosphärendruck eingedampft.

Der im Entspanner 35, 36 freiwerdende Brüden, ein Gemisch aus Wasserdampf, Schwefelkohlenstoff und Schwefelwasserstoff, wobei die beiden letzten Komponenten dampfförmig vorliegen, wird über eine Leitung 30 einem Austauscherverdampfer 31 geleitet.

Sekundärseitig wird dem Austauscherverdampfer 31 das aus dem Erhitzer 25 ablaufende Heizdampfkondensat über die Leitung 27 zugeführt. Unter Kondensation des über die Leitung 30 zugeführten Entspannerbrüden wird das über die Leitung 27 zugeführte Erhitzerkondensat, das ein reines Heizdampfkondensat ist, im Verdampfer 31 fast restlos wieder verdampft. Der dadurch im Austauscherverdampfer 31 sekundärseitig entstehende reine Wasserdampf wird über die

Leitung 32 dem aus dem Eindampfer 1 abgezogenen und im Wäscher 7 gereinigten Brüden zugesetzt, und zwar entweder vor dem Brüdenverdichter 12 oder nach dem Thermokompressor 12, hier in der in Fig. 1 gezeigten Anlage vor dem Thermokompressor 12.

Nach der Kondensation des über die Leitung 30 dem Verdampfer 31 zugeführten Entspannerbrüden werden der Schwefelwasserstoff und der Schwefelkohlenstoff mit der praktisch noch seiner Sättigung entsprechenden Wasser-

4

dampfmenge bei Atmosphärenspannung der Weiterverwertung über eine Leitung 33 zugeführt.

Um die Konzentration des im abziehenden Brüden enthaltenen Schwefelwasserstoffs bzw. Schwefelkohlenstoffs noch zu erhöhen, kann das abgezogene Gemisch in einem nachgeschalteten Kühler nachgekühlt werden, um dadurch noch zusätzliche Wasserdampfmen gen aus dem der Verwertung zuzuführenden Produktgemisch auszuscheiden.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

