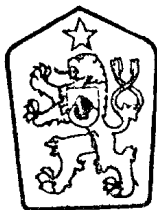


POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

218684
(11) (B1)



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(22) Přihlášeno 19 02 81
(21) (PV 1177-81)

(40) Zveřejněno 10 09 81

(45) Vydáno 15 04 85

(51) Int. Cl.³
G 01 N 1/10

(75)

Autor vynálezu

VAŠÍČEK EDUARD ing., BRNO

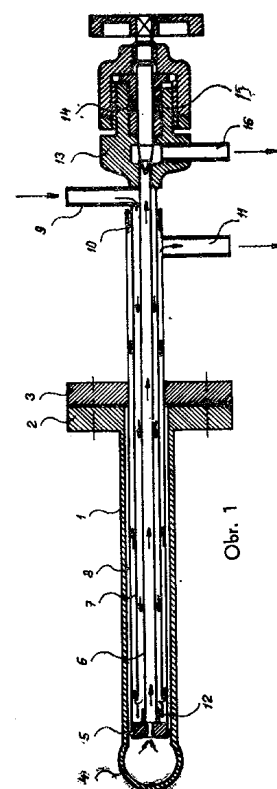
(54) Zařízení pro odběr vzorků látek při vysokých teplotách

1

Zařízení pro odběr vzorků při vysokých teplotách, zejména pyroplynů při pyrolyzních procesech, sestává ze tří základních částí: předchlazovače chlazeného sytou nebo vlhkou párou, chladiče, chlazeného vodou, a dochlazovače chlazeného solankou. Předchlazovač, resp. předchlazovače jsou trvale instalovány v místě odběru, chladič v kombinaci s dochlazovačem je na příslušný předchlazovač napojen až v okamžiku odběru vzorku.

Předchlazovač je vytvořen jako oplášťovaná chlazená trubka, opatřená na jednom konci vstupní dýzou typu Lavalovy dýzy a na protilehlém konci přímým jehlovým ventilem s vyjímatelným vřetenem. Chladič i dochlazovač jsou vytvořeny jako chladiče s přímým trubkovým svazkem a jímacími lucernami ve tvaru rovnostranného válce. Pláště luceren jsou zhotoveny z průhledného materiálu. Všechny části chladiče i dochlazovače jsou navzájem spojeny rozebíratelně.

2



PŘEDCHLAZOVÁČ

Obr. 1

Vynález se týká zařízení pro odběr vzorků látek při vysokých teplotách, při nichž se látky za normální teploty kapalně či plynně nacházejí vesměs v plynném stavu. Příkladem je použití pro odběr pyroplynů při pyrolýzních procesech. Při těchto procesech, které probíhají zpravidla v přímo vyhřívaných trubkových pecích či reaktorech, se směs uhlovodíků a vodní páry vyhřívá na reakční teplotu 800 až 950 °C, při níž ve zlomcích vteřiny proběhne tepelné štěpení uhlovodíkové suroviny za vzniku plynů o vysokém obsahu etylénu a propylenu vedle dalších látek, za normální teploty kapalných či plynných, načež se směs v zájmu potlačení sekundárních reakcí prudce ochladí. Vlastní reakční doba se u těchto štěpných procesů pohybuje v rozmezí 0,25 až 1,0 s, u reaktorů či pecí pro tzv. ultra-krátkodobou pyrolýzu dokonce v rozmezí 0,01 až 0,1 s.

Účelem odběru vzorků je zachytit stav jednotlivých komponent reakční směsi ve zcela určitých místech technologického zařízení za účelem vyhodnocení průběhu tepelného štěpení při různých uhlovodíkových vsázkách a za různých reakčních podmínek, jakož i stanovení optimálních parametrů pro vedení procesu. V provozních podmínkách obvykle postačí, jestliže se provádí látková bilance před a po reakci a po zchlazení výsledného produktu, tj. pyroplynů. Při výzkumu pyrolýzních procesů je však kromě toho třeba sledovat složení směsi a okamžitý stav látek v různých místech reaktoru či pece. Dosavadní praxe v odběru vzorků však tuto možnost vesměs neposkytovala.

Odběr vzorků se dosud zpravidla provádí zařízením, které sestává z předchlazovače a chladiče. Předchlazovačem je přitom dvojité chlazená trubka, chladič je vytvořen jako trubkový had s válcovým jímačem kapalně fáze. Obě části jsou vybaveny systémem ventilů a jsou trvale instalovány v místě odběru a trvale chlazeny, obvykle vodou. V období mimo odběr vzorku je jimi do pece či reaktoru kontinuálně vháněna pára, jež má zabránit ucpávání výstupního otvoru. Pouze při vlastním odběru se přívod páry přeruší, aby mohla vytékat plynná reakční směs. V chlazené dvojtrubce se směs předchladí, přičemž se její teplota prudce sníží pod kritickou reakční teplotu, načež se v chladiči dochladí na teplotu, při níž se z plynné směsi oddělí kapalně podíly.

Toto uspořádání však vyhovuje pouze pro zjištění stavu po ukončené reakci a nemůže být použito pro odběr vzorků v různých místech reaktoru či trubkové pece, neboť zde by přívod promývací páry o teplotě odlišné od okamžité reakční teploty vyvolal tepelný šok a zkreslil by tak skutečný průběh konverze. Manipulace s velkým počtem ventilů je navíc značně obtížná a jejich případné nedovření či netěsnost mohou opět

vést ke zkreslení kvality vzorku, anebo dokonce ke vzplanutí unikajících horkých uhlovodíkových plynů.

Další nevýhodou popsaného odběrového zařízení je skutečnost, že zejména u tepelně nejvíce exponovaného předchlazovače nejsou uspokojivě vyřešeny otázky vyrovnání tepelných dilatací, takže se v něm při stávajícím provedení projevuje tepelné pnutí, jež vede až ke vzniku prasklin a k úniku plynného vzorku do chladicí vody, anebo naopak — podle existujícího tlakového spádu — k pronikání chladicí vody do odběrového zařízení. Nevýhodou těchto odběrových zařízení je rovněž velká spotřeba chladicí vody a skutečnost, že se v nich zpravidla nedosahuje dostatečného podchlazení vzorku, takže část za normální teploty kapalných látek uniká do odebíraného plynného vzorku.

Nevýhodou chlazení s použitím chladicí vody je dále okolnost, že se vstupní dýza předchlazovače vlivem nízké teploty její stěny při odběru vzorku často zakoksuje. Konstrukční provedení jak předchlazovače, tak i chladiče přitom neumožní její mechanické pročištění, takže jediným východiskem je zastavení odběru vzorku a pročištění zakoksované dýzy promývací párou.

Jako jímače kapalně fáze se ve snaze o zajištění co největšího objemu nádoby užívají štíhlé válcové nádoby, v nichž však zachycená kapalina vykazuje značně velký zmáčený povrch, který zkresluje váhu kapalně podílu vzorku. Jímače neumožňují kromě toho vizuální kontrolu množství kapalně podílu vzorku, neboť nejsou zhotoveny z průhledného materiálu, takže v takto provedených odběrových zařízeních může dojít k zahlcení jímače a úniku kapalně podílu do plynného vzorku.

Shora uvedené nedostatky odstraňuje naproti tomu zařízení pro odběr vzorků látek při vysokých teplotách podle vynálezu, které obsahuje nejméně jeden předchlazovač ve tvaru chlazené opláštěvané trubky a dále chladič opatřený jímací nádobou na oddělenou kapalnou fázi, a které je charakterizováno tím, že předchlazovač či předchlazovače jsou trvale napojeny na odběrové hrdlo či hrdla a jsou uzpůsobeny pro přechodné napojení chladiče kombinovaného s dochlazovačem.

Opláštěvaná trubka předchlazovače je přitom na jednom konci opatřena vstupní dýzou se zaobleným vstupem a výstupním kuželem o úhlu do 12°, zatímco na protilehlém konci je napojena na přímý jehlový ventil s vyjímatelným vřetenem a nátrubkem pro výstup předchlazeného vzorku, uzpůsobeným pro napojení přívodní trubky chladiče. Konstrukce předchladiče v tomto uspořádání je průchodná, takže umožňuje, aby případně ucpané odběrové místo mohlo být mechanicky pročištěno i za provozu pece. Tím odpadá nutnost udržování průchodnosti odběrového místa pomocí kontinuálně za-

váděné promývací páry, čímž se nejen sníží spotřeba páry i chladicí vody, ale současně se dosáhne toho, že odběr vzorků se bez rizika zkreslení kvality vzorku i konečných výsledků může provádět v kterémkoliv místě technologického zařízení a to bez ohledu na to, zda jde o zařízení provozní, poloprovozní či zkušební zařízení laboratorní. Použitím jediného ventilu se kromě toho sníží také nároky na obsluhu odběrového zařízení a také nebezpečí netěsnosti a podcházení ventilů, které měly dosud za následek vzplanutí unikajících pyroplýnů anebo při nejmenším opět zkreslení kvality vzorku.

Použitím dýzy typu Lavalovy trysky, které je umožněno tím, že je běžně k dispozici nadkritický tlakový spád, se dosahuje dále zvýšené rychlosti proudění odebíraného plynného vzorku v chlazené trubce. Trvalé spojení předchlazovače s odběrovým hrdlem je přitom realizováno tak, že vnější plášť opláštěvané trubky je opatřen přírubou, která dosedá na přírubu odběrového hrdla. Vnitřní plášť opláštěvané trubky je dále jedním koncem pevně spojen s tělesem ventilu, zatímco její vnější plášť s tělesem vstupní dýzy, přičemž druhé konce obou plášťů jsou uloženy navzájem suvně. Toto uspořádání umožňuje vyrovnání tepelných dilatací v teplotně nejvíce exponovaném úseku odběrového zařízení a tím i odstranění rizika vzniku prasklin, které by mohly vést k úniku plynného vzorku do chladicí páry, anebo naopak pronikání páry do odběrového zařízení.

Vřetenou ventilu je pro nižší odběrové teploty těsněno O-kroužkem, zatímco pro vyšší teploty žáruvzdorným těsněním. Aby se těsnění při vyjmutí vřeteny ventilu a jeho opětovném zašroubování nepoškodilo, přechází jehla ventilu pozvolna ve zkosenou, kuželovou naváděcí část.

Chladič i dochlazovač jsou dále vytvořeny jako shodně provedené chladiče se svazkem přímých trubek, prosazených dnem chladiče a zaústěných do jímací lucerny. Spojení trubkových chladičů s lucernami, jakož i spojení chladiče s dochlazovačem je rozebíratelné, takže všechny díly přenosné části odběrového zařízení mohou být velmi snadno a rychle rozebrány, vyčištěny a opět sesazeny.

K výhodám konstrukčního provedení vzorkovacího zařízení podle vynálezu patří dále i okolnost, že byl zvolen tvar jímací nádoby, při němž zachycená kapalina vykazuje nejmenší smáčený povrch, tj. tvar rovnostranného válce. Tímto opatřením se sníží riziko zkreslení váhy kapalného vzorku. Plášť obou luceren může být přitom s výhodou proveden z průhledného materiálu, což umožní vizuální kontrolu množství zachycené kapaliny a její případný odběr při hrozícím zahlcení lucerny.

Příkladné provedení zařízení pro odběr vzorků pyroplýnů podle vynálezu je dále

znázorněno na výkrese, kde obr. 1 představuje v podélném řezu předchlazovač, který je trvale napojen na odběrové hrdlo, zatímco obr. 2 opět v podélném řezu přenosnou část odběrového zařízení, která se napojuje na předchlazovač v okamžiku odběru a kterou tvoří chladič spojený s dochlazovačem.

Předchlazovač **A**, znázorněný na obr. 1, tvoří chlazená opláštěvaná trubka **6**, která je pomocí příruby **3** připojena k přírubě **2** odběrového hrdla **1** trvale instalovaného v odběrovém místě, tj. kupříkladu na procesní trubce **4**. Obě příruby **2** a **3** jsou navzájem sešroubovány a utěsněny vhodným tepelně odolným těsněním.

Do chlazené trubky **6** je zaústěna vstupní dýza **5**, která je nesena vnějším pláštěm **8**. Chlazení trubky zprostředkuje sytá, popřípadě vlhká pára, která se nátrubkem **9** zavádí do vnitřního pláště **7** a protéká tímto vnitřním pláštěm **7** v protiproudu k odebíranému vzorku, vedenému chlazenou opláštěvanou trubkou **6**, načež vnějším pláštěm **8** a nátrubkem **11** opět z podchlazovače **A** vystupuje. Použití vody je v tomto případě méně výhodné, neboť může vyvolat podchlazení stěny dýzy **5** a její následné rychlé zakoksování. Dýza **5** může být — jak již bylo dříve uvedeno — s výhodou provedena jako dýza Lavalova, se zaobleným vstupem a výstupem ve tvaru pláště kužele o úhlu do 12°.

Zatímco chlazená opláštěvaná trubka **6** je oboustranně pevně uchycena, a to na jedné straně k tělesu dýzy **5** a na druhé straně k tělesu ventilu **13**, jsou oba pláště, vnější plášť **8** a vnitřní plášť **7** uchyceny jen jednostranně, za co jejich druhé konce jsou uloženy navzájem suvně.

Ve znázorněném provedení je pevně uchycen jeden konec vnějšího pláště **8** k tělesu dýzy **5** a jeden konec vnitřního pláště **7** k tělesu ventilu **13**. Kluzné či suvné uložení obou zbývajících konců vnitřního i vnějšího pláště pak zprostředkují límcové obímky **10** a **12**.

Speciální přímý jehlový ventil **13** umožňuje po vyšroubování vřeteny ventilu přístup k vnitřnímu prostoru chlazené trubky **6** a současně i k dýze **5**, čímž umožní pročištění obou těchto součástí. Na obr. 1 jsou přitom znázorněny dvě možné alternativy těsnění vřeteny jehlového ventilu **13**: v pravé polovině vyobrazení je znázorněn O-kroužek **14**, který vyhovuje pro těsnění při odběrech za nižších teplot, zatímco v levé polovině ucpávka **15** z žáruvzdorného materiálu, která se užívá při odběru za vyšších teplot. Aby se předešlo poškození O-kroužku **14** či ucpávky **15** při vyjmutí a opětovném vsazení vřeteny ventilu, je jehla ventilu provedena tak, že přechází ve zkosenou, kuželovou naváděcí část.

Předchlazené pyroplýny odcházejí z tělesa ventilu **13** nátrubkem **16**, na který se

vhodným šroubením napojuje přívodní trubka **21** chladiče **B**.

Chladič **B**, znázorněný na obr. 2, sestává z vlastního trubkového chladiče **17**, obsahujícího svazek přímých trubek **18**, a z jímací lucerny **22**. Víko **19** chladiče, které nese přívodní trubku **21** je k přírubě chladiče připojeno pomocí šroubů s křídlovými maticemi **25**.

Podobným způsobem je také ke dnu **20** chladiče připojena jímací lucerna **22**. Uvolněním šroubů a matic **25** se dosáhne rychlé demontáže chladiče a uvolní se přístup k trubkám **18**, které jsou vyvedeny jeho dnem **20**. Celý chladič **A** je možno takto snadno a rychle vyčistit a opět smontovat.

Pyropliny předchladené v předchlazovači **A** se přívodní trubkou **21** uvádějí do rozdělovací komory chladiče **17**, odkud natékají do jednotlivých trubek **18** přímého trubkového svazku a po ochlazení z nich vstupují do prostoru jímací lucerny **22**. Chladičí prostředí, v nejjednodušším případě voda, se do mezitrubkového prostoru chladiče **17** přivádí nátrubkem **23** a prostor opouští nátrubkem **24**. Oddělená pyrokapalina se z lucerny **22** odpouští trubkou **27**, ochlazené pyropliny středovou stěnou trubkou **26** přestupují do rozváděcí komory dochlazovače **C**, jehož části **17'**, **18'**, **20'**, **23'**, **24'**, **25'**, **32'** jsou provedeny stejně jako u chladiče **B**, s tím rozdílem, že do mezitrubkového prostoru dochlazovače **C** se jako chladičí prostředí zavádí z neznázorněného termostatu solanka a jímací lucerna **28** dochlazovače **C** je provedena menší než lucerna **22** chladiče **B**.

Pyrokapalina se ze dna lucerny **28** odpouští trubkou **31**, ochlazené pyropliny odcházejí kanálkem **29** ve dně chladiče a dále trubkou **30** do nenaznačeného plynoměru.

Chlazené části obou trubkových chladičů **17** chladiče **B** i dochlazovače **C** jsou na obvodu opatřeny tepelně izolační vrstvou **32**. Pláště obou lucern **22** a **28** jsou zhotoveny z průhledného materiálu, aby bylo možno sledovat hladinu pyrokapaliny a zabránit tak zahlcení lucerny. Mají přitom s výhodou tvar rovnostranného válce, takže smáčený povrch je u nich pro daný objem pyrokapaliny minimální. Jednotlivé části jak chladiče **B** tak i dochlazovač **C** jsou opět navzájem spojeny šrouby s křídlovými maticemi **25**.

Odběrové zařízení ve znázorněném pro-

vedení se aplikuje tak, že v jednotlivých odběrových místech se instalují trvale pouze předchlazovače **A**, které jsou chlazeny jen při odběru vzorku, čímž se sníží spotřeba chladičí páry, popřípadě vody. Při odběru vzorku se pak na výstupní nátrubek **16** ventilu **13** předchlazovače **A** vhodným šroubovým spojem napojí chladič **B** s dochlazovačem **C** a zahájí se chlazení všech tří částí. Nato se přezkouší průchodnost odběrového místa tím, že se vyšroubuje vřeteno jehlového ventilu **13**. Jestliže odběrové místo není průchodné, tj. neuniká jím plynná reakční směs, pročistí se vstupní dýza **5** vhodným nástrojem, kupř. jehlou s hrotem, jehož tvar odpovídá tvaru dýzy. Jakmile se průchod uvolní, vrátí se do ventilu vřeteno a celé zařízení se propláchne plynem. Pak se uzavře jehlou ventil **13**, uzavrou se místa odběru obou pyrokapalin a odvod dochlazeného pyroplynu se napojí na plynoměr. Odběr vzorku se pak uskuteční povolením jehlového ventilu **13**, přičemž se časově sleduje přírůstek pyrokapalin v obou jímacích lucernách **22**, **28** měří se objemové množství pyroplynu a část pyroplynu se odebere k analýze. Odběr se ukončí uzavřením jehlového ventilu **13**, odečtením stavu plynoměru a odpuštěním a zvážením množství obou pyrokapalin. Jak odebraný vzorek pyroplynů, tak i vzorek pyrokapaliny se pak zpracují za použití obvyklých laboratorních analytických metod.

Na běžné pyrolýzní jednotce se vystačí obvykle s deseti odběrovými místy: je tedy zapotřebí deseti předchlazovačů **A**, které jsou trvale instalovány, a zhruba tří chladičů **B** s dochlazovači **C** a jedním společným termostatem pro solanku. Odběr se provádí zásadně vždy na jednom místě, tj. jednou soupravou chladiče **B** s dochlazovačem **C**, zatímco obě další rezervní soupravy mohou být mezi dvěma odběry i při větším znečištění velmi snadno a rychle rozebrány a vyčištěny. Mimo odběry nevyžaduje vzorkovací zařízení v provedení podle vynálezu prakticky žádné obsluhy a údržby.

Vhodným dimenzováním rozměrů je možno odběrové zařízení podle vynálezu přizpůsobit jak pro potřeby laboratorního či poloprovozního výzkumu, tak i pro kontrolu zařízení provozních, kdy jsou odběrová místa vytvořena v rozhodujících uzlech technologického zařízení.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Zařízení pro odběr vzorků látek při vysokých teplotách, zejména pyroplynů při pyrolýzních procesech, které obsahuje nejméně jeden předchlazovač ve tvaru chlazené opláštěvané trubky a dále chladič opatřený jímací nádobou na oddělenou kapalnou fázi, vyznačené tím, že předchlazovač či předchlazovače (**A**) trvale napojené na

odběrové hrdlo či hrdla (**1**) jsou uzpůsobeny pro přechodné napojení chladiče (**B**) kombinovaného s dochlazovačem (**C**).

2. Zařízení podle bodu 1, vyznačené tím, že opláštěvaná trubka (**6**) předchlazovače (**A**) je na jednom konci opatřena vstupní dýzou (**5**) se zaobleným vstupem a výstupním kuzelem o úhlu do 12°, zatímco na

protilehlém konci je napojena na přímý jehlový ventil (13) s vyjímatelným vřetenem a nátrubkem (16) pro výstup předchlazeného vzorku, uzpůsobeným pro napojení přívodní trubky (21) chladiče (B).

3. Zařízení podle bodu 2, vyznačené tím, že vnitřní plášť (7) oplášťované trubky (6) je jedním koncem pevně spojen s tělesem jehlového ventilu (13), zatímco její vnější plášť (8) s tělesem vstupní dýzy (5), přičemž druhé konce obou plášťů (7, 8) jsou uloženy navzájem suvně.

4. Zařízení podle bodů 2 a 3, vyznačené tím, že vřetenem jehlového ventilu (13) je pro nižší odběrové teploty těsněno O-kroužkem (14), zatímco pro vyšší teploty žáruvzdorným těsněním (15).

5. Zařízení podle bodů 2 až 4, vyznačené tím, že jehla jehlového ventilu (13) přechází ve zkosenou, kuželovou naváděcí část.

6. Zařízení podle bodů 1 až 5, vyznačené

tím, že chladič (B) i dochlazovač (C) tvoří shodně provedené chladiče (17, 17') se svazkem přímých trubek (18, 18'), prosazených dnem (20, 20') chladiče a zaústěných do jímací lucerny (22, 28).

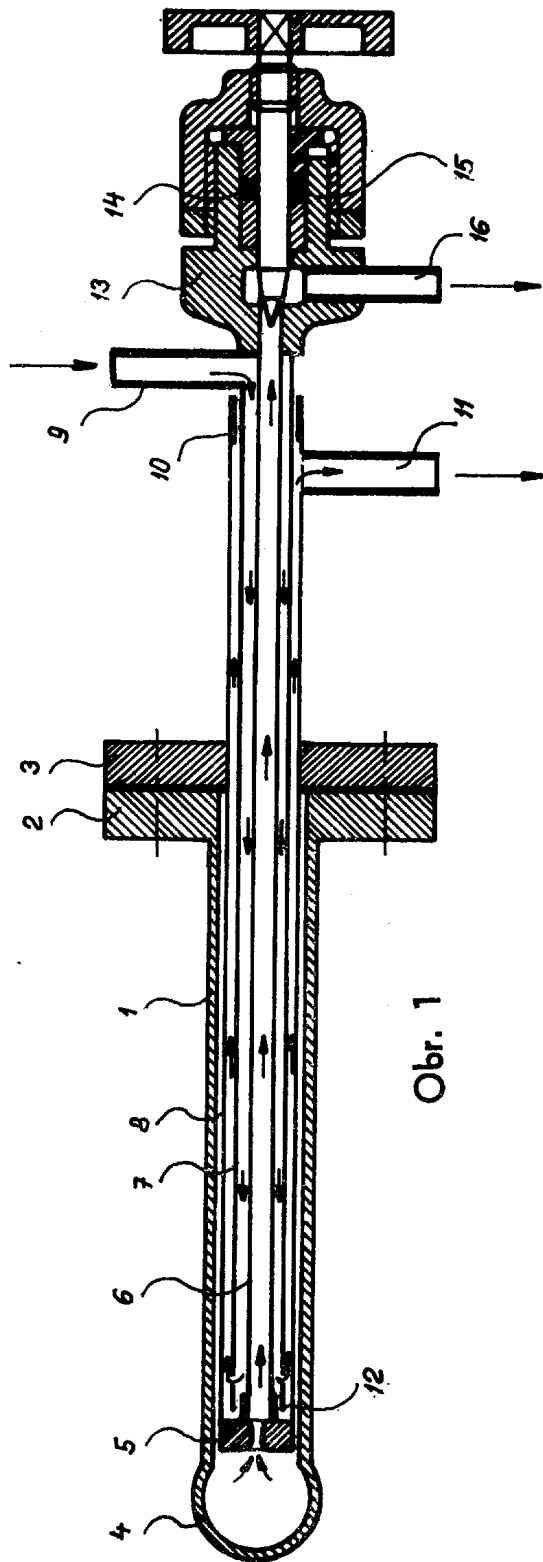
7. Zařízení podle bodu 6, vyznačené tím, že spojení trubkových chladičů (17, 17') s lucernami (22, 28), jakož i spojení chladiče (B) s dochlazovačem (C) je rozebíratelné.

8. Zařízení podle bodů 6 a 7, vyznačené tím, že plášť obou trubkových chladičů (17, 17') jsou na vnější straně opatřeny tepelně izolační vrstvou.

9. Zařízení podle bodů 6 až 8, vyznačené tím, že jímací lucerny (22, 28) mají tvar rovnostranného válce.

10. Zařízení podle bodů 6 až 9, vyznačené tím, že plášť obou jímacích luceren (22, 28) je proveden z průhledného materiálu.

PŘEDCHLAZOVAČ



Obr. 1

