

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

66 424

Patent dodatkowy
do patentu _____

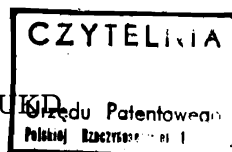
Zgłoszono: 16.VII.1968 (P 128 146)

Pierwszeństwo _____

Opublikowano: 25.XI.1972

Kl. 12i, 31/26

MKP C01b 31/26



Twórca wynalazku: Wacław Gębski

Właściciel patentu: Zakłady Włókien Sztucznych „Wistom”, Tomaszów
Mazowiecki (Polska)

Sposób oczyszczania surowego dwusiarczku węgla i urządzenie do stosowania tego sposobu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oczyszczania surowego dwusiarczku węgla stosowanego do wyrobu włókien sztucznych, zwłaszcza pochodzenia celulozowego jak też urządzenie do stosowania tego sposobu.

Znany sposób oczyszczania surowego dwusiarczku węgla, na przykład metodą Zahna, polega na skierowaniu zanieczyszczonych par dwusiarczku węgla o temperaturze 250—300°C, uchodzących z retorty w której odbywa się jego synteza, do kondensatora wodnego bezprzeponowego za pośrednictwem rury łącznikowej w kształcie kolana i jej prostego przedłużacza. W kondensatorze bezprzeponowym, pary dwusiarczku węgla przenikając przez warstwę wody bieżącej o temperaturze 12—18°C, ulegają kondensacji i dwusiarczki węgla już w postaci ciekłej jest odprowadzany z niego okresowo do przejściowego zbiornika magazynowego i następnie do destylacji.

Pary dwusiarczku węgla, które nie uległy kondensacji, są odprowadzane wraz z gazami ubocznymi, jak: siarkowodór i tlenosiarczki węgla, do układu instalacji absorpcyjnej w celu dalszej obróbki.

W czasie kondensacji par dwusiarczku węgla, wytrącająca się siarka, która nie weszła w reakcję w procesie syntezy, gromadzi się w osadniku, usytuowanym z boku kondensatora bezprzeponowego, skąd okresowo jest usuwana ręcznie na zewnątrz, a z kondensatora woda bieżąca wysycona

2

i ogrzana tymi gazami do temperatury 20—25°C, jest odprowadzana bezpośrednio do kanalizacji.

Ujemną cechą tego sposobu jest stałe zarastanie siarką i pyłem węglowym rury łącznikowej i jej przedłużacza, co w procesie ciągłym uniemożliwia swobodne przejście par dwusiarczku węgla z retorty do kondensatora bezprzeponowego, powodując w tym układzie niebezpieczne powstawanie ciśnień par i gazów grożących wybuchem.

Poza tym usuwanie osadów z rury łącznikowej i jej przedłużacza wymaga otwarcia retort i odbywa się ręcznie za pomocą przebijaka, co powoduje silne zagazowanie miejsca pracy i terenów pozafabrycznych stężonymi parami dwusiarczku węgla i gazami ubocznymi, jak: siarkowodór, tlenosiarczki węgla i dwutlenek siarki.

Wadą tego sposobu jest również zatrucie atmosfery otoczenia na skutek ręcznego wybierania z osadnika kondensatora bezprzeponowego wytrąconej siarki i przesyconej dwusiarczkiem węgla oraz ręcznego przenoszenia jej do pojemników z perforowanym podwójnym dnem, w celu oddzielenia dwusiarczku węgla od siarki, który gromadzi się na spodzie tych pojemników.

Również woda chłodząca z kondensatorów bezprzeponowych nasycona dwusiarczkiem węgla i siarkowodorem oraz zawierająca zawiesinę siarki koloidalnej, jest odprowadzana do kanalizacji ściekowej, co w konsekwencji powoduje zatrucie

atmosfery otoczenia i wód w zbiornikach naturalnych, do których te ścieki są odprowadzane.

Inna ujemną cechą stanowi duża zawartość siarki w surowym dwusiarczku węgla, wynosząca 4—5%, co obniża jego koncentrację i zanieczyszcza urządzenia destylacyjne przy dalszej obróbce, stwarzając konieczność częstego czyszczenia tych urządzeń, natomiast nieskondensowane pary dwusiarczku węgla w wodnym kondensatorze, w ilości 1,2—1,5 kg/m³, wymagają dodatkowej i kosztownej obróbki.

Znany jest jeszcze inny sposób oczyszczania par dwusiarczku węgla, polegający na wstępnym ich oczyszczaniu w separatorze od siarki i pyłów węglowych, zanim te pary zostaną skierowane do bezprzeponowego kondensatora wodnego.

Ujemną cechą tego sposobu jest to, że pary dwusiarczku węgla kondensują się w wodnym kondensatorze bezprzeponowym, jak w metodzie Zahna. Natomiast wprowadzony dodatkowo separator powoduje tylko częściowe oczyszczanie par dwusiarczku węgla, co wpływa tylko w minimalnym stopniu na podwyższenie koncentracji surowego dwusiarczku węgla.

Sposób ten nie eliminuje też wszystkich operacji toksycznych wymienionych w metodzie Zahna.

Celem wynalazku jest usunięcie wad znanego sposobu oczyszczania i kondensacji par surowego dwusiarczku węgla i przystosowania go do możliwości otrzymywania wysoko skoncentrowanego dwusiarczku węgla, przy jednoczesnym wyeliminowaniu z procesu technologicznego wszystkich tych operacji, które oddziałują toksycznie na otoczenie.

Istota wynalazku polega na tym, że pary dwusiarczku węgla odprowadzane z retorty o temperaturze 250—300°C wprowadza się do separatora grawitacyjnego, stanowiącego komorę ogrzaną do temperatury 125—135°C, w której pary te rozprężają się w wyniku czego kondensuje częściowo siarka i w postaci ciekłej opada z porwanym pyłem węglowym na dno tej komory, zaś pary dwusiarczku węgla oczyszcza się dalej za pomocą barbotażu w ciekłej siarce, po czym pary te kondensuje się przez trójstopniowe chłodzenie przeponowe, utrzymując w poszczególnych stopniach kolejno temperaturę 40—50°C, 25—35°C i 17—20°C.

Skondensowany dwusiarek węgla po dwóch pierwszych stopniach kondensacji odprowadza się z układu kondensacji do zbiornika zaopatrzonego we filtr do wychwytywania siarki, a następnie kierowany jest do destylacji, natomiast kondensat otrzymany w trzecim stopniu kondensacji par dwusiarczku węgla odprowadza się bezpośrednio do destylacji.

Nieskroplone zaś pary dwusiarczku węgla przed dalszą ich kondensacją oczyszcza się na drodze mokrej w wykondensowanym dwusiarczku węgla.

Pary dwusiarczku węgla nieskroplone w pierwszym stopniu kondensacji, przed skierowaniem ich do drugiego stopnia kondensacji przepuszcza się przez warstwę ciekłego wykondensowanego dwusiarczku węgla, natomiast pary dwusiarczku węgla nieskroplone w drugim stopniu kondensacji, przed skierowaniem ich do trzeciego stopnia kondensacji,

barbotuje się przez ciekły wykondensowany dwusiarek węgla.

Urządzenie do stosowania sposobu według wynalazku stanowi układ aparatury oczyszczającej składającej się z separatora grawitacyjnego do oddzielania zanieczyszczeń z par dwusiarczku węgla, kondensatorów tych par i instalacji do oczyszczania par dwusiarczku węgla i ciekłego dwusiarczku węgla, przy czym między separatorem grawitacyjnym i kondensatorem rurowym par dwusiarczku węgla zawiera dodatkowo łapacz półkowy do wychwytywania wolnej siarki unoszonej z tymi parami, zaopatrzony w rurę barbotażową opuszczoną do jego dolnej części i zanurzoną na spodzie w ciekłej siarce.

Łapacz półkowy w swej górnej części jest połączony poprzez kolumnę filtracyjną z układem trzech oddzielnych kondensatorów połączonych ze sobą szeregowo. Kondensatory te są zaopatrzone w przewody odprowadzające ciekły dwusiarek węgla do destylacji, przy czym dwa pierwsze kondensatory są połączone dodatkowo z oddzielnymi płuczkami dla niewykondensowanych par dwusiarczku węgla i następnie ze zbiornikiem zaopatrzonym we filtr, z którego odprowadzony jest przewód dla dwusiarczku węgla kierowanego do destylacji. Trzeci kondensator jest połączony bezpośrednio z kolektorem biegnącym do destylacji.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony w przykładowej wykonania na rysunku, przedstawiającym schemat ogólny urządzenia. Urządzenie według wynalazku ma grawitacyjny separator 1 zbudowany z dwóch zewnętrznie ogrzewanych komór, większej komory dolnej 2 i górnej mniejszej komory 3, przy czym w miejscu połączenia obu komór zamontowana jest redukcyjna zwężka 4 w kształcie leja i nad nią jest zawieszona na linie 5 zastawka 6 w kształcie stożka. Szczelina między redukcyjną zwężką 4 a zastawką 6 jest dowolnie regulowana. Grawitacyjny separator 1 jest w dolnej części 2 połączony z retortą 7, a w górnej części 3, za pośrednictwem ogrzewanego rurowego łącznika 8 z też ogrzewanym również półkowym łapaczem 9 w kształcie walca, zamkniętego z góry pokrywą 10 i zaopatrzonego wewnątrz w barbotażową rurę 11, zakończoną od dołu podwójnym ząbkowanym obrzeżem 12, a od góry dławicą 13 w miejscu jej połączenia z pokrywą 10. Dookoła barbotażowej rury 11 są umieszczone co najmniej cztery perforowane półki 14, przy czym powyżej pierwszej górnej półki łapacz 9 jest połączony z pionowo usytuowaną filtracyjną kolumną 15, ogrzewaną z zewnątrz i wypełnioną pierścieniami Raschig'a 16. Filtracyjna kolumna 15 jest z kolei połączona w górnej części z ukośnie usytuowanym przeponowym rurowym kondensatorem 17.

Rurowy kondensator 17 jest połączony z pionowo usytuowaną płuczką 18, połączoną z kolei przewodem 19 ze zbiornikiem 20 surowego dwusiarczku węgla, zaopatrzonym w sitowy filtr 21, usytuowany pionowo w tym zbiorniku. Płuczka 18 jest dodatkowo połączona kanałem 22 z kolektorowym kondensatorem 23, połączonym z barbotażową płuczką 24, od której jest doprowadzony przewód 25 do zbiornika 20. Kolektorowy kondensator 23

jest połączony dodatkowo przewodem 26 z sitowo-rurowym kondensatorem 27, z kolei połączonym jednocześnie ze zbiornikiem 20 przewodem 28, a za pośrednictwem przewodu 29 z kolektorem 30 biegnącym do destylacji.

Oczyszczanie par dwusiarczku węgla i ich kondensatu polega na wprowadzeniu do ogrzanego do temperatury 125—135°C grawitacyjnego separatora 1 par dwusiarczku węgla o temperaturze 250—300°C, uchodzących wraz z zanieczyszczeniami jak: siarkowódór, tlenosiarczek węgla, pary siarki i pyły węglowe z retorty 7 w której przebiega synteza. W separatorze 1 pary dwusiarczku węgla ulegają rozprężaniu, w wyniku czego kondensuje siarka i w postaci ciekłej opada z porywanym pyłem węglowym na dno tego separatora i stąd zanieczyszczenia te spływają z powrotem do retorty 7, a pary dwusiarczku węgla z gazami ubocznymi przechodzą do półkowego łapacza 9. W półkowym łapaczu 9 pary dwusiarczku węgla oczyszcza się na drodze barbotażu w ciekłej siarce znajdującej się na jego dnie, a siarkę porywaną przez pary dwusiarczku węgla wyłapuje się na półkach 14 oraz w kolumnie 15, po czym pary dwusiarczku węgla kondensuje się przez trójstopniowe chłodzenie przeponowe, utrzymując w poszczególnych stopniach, to jest w rurowym kondensatorze 17 temperaturę 40—50°C, w kolektorowym kondensatorze 23 temperaturę 25—35°C, i w sitowo-rurowym kondensatorze 27 temperaturę 17—20°C.

Dwusiarczek węgla skroplony w rurowym kondensatorze 17 spływa do płuczki 18 i następnie odprowadzany jest przewodem 19 do zbiornika 20, a nieskroplone pary dwusiarczku węgla przechodzą, poprzez warstwę ciekłego dwusiarczku węgla w płuczce 18, kanałem 22 do kolektorowego kondensatora 23.

Skroplony dwusiarczek węgla w kolektorowym kondensatorze 23 spływa do płuczki 24, skąd odprowadzany jest przewodem 25 do zbiornika 20.

Pary dwusiarczku węgla, które nie uległy skropleniu w kolektorowym kondensatorze 23 oczyszcza się na drodze barbotażu w ciekłym dwusiarczku węgla w płuczce 24, a następnie kieruje przewodem 26 do sitowo-rurowego kondensatora 27 z którego ciekły dwusiarczek węgla jest skierowany do zbiornika 20 za pośrednictwem przewodu 28, albo przewodem 29 jest kierowany wprost do kolektora 30, odprowadzającego surowy dwusiarczek węgla do destylacji.

Surowy dwusiarczek węgla gromadzony w zbiorniku 20, przepuszcza się przez sitowy filtr 21 na którym zatrzymują się resztki siarki nierozpuszczalnej w dwusiarczku węgla i po tej ostatecznej fazie oczyszczania, dwusiarczek węgla odprowadza się do destylacji za pośrednictwem kolektora 30.

Zaletę wynalazku stanowi możliwość ograniczenia zanieczyszczeń siarką w surowym dwusiarczku węgla w ilości nie przekraczającej 0,1—0,2% oraz utrzymania nieskondensowanych w procesie, par dwusiarczku węgla w ilości nie przekraczającej 0,6—0,7 kg/m³.

W sposobie według wynalazku wyeliminowano znaczne straty dwusiarczku węgla, jak również występujące zagrożenia gazów toksycznych na sta-

nowisku pracy, oraz zjawisko intensywnej korozji aparatury, na skutek usunięcia z procesu technologicznego kondensacji bezprzeponowej, w wyniku której odprowadza się wody ściekowe zanieczyszczone i powodujące zatrucie atmosfery otoczenia oraz naturalnych zbiorników wodnych.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób oczyszczania surowego dwusiarczku węgla, polegający na usuwaniu z jego par pyłu węglowego i siarki, a następnie poddawaniu ich kondensacji, **znamienny tym**, że pary dwusiarczku węgla o temperaturze 250—300°C wprowadza się do separatora grawitacyjnego ogrzanego do temperatury 125—135°C, w którym pary te ulegają rozprężaniu w wyniku czego kondensuje siarka i w postaci ciekłej opada z porywanym pyłem węglowym na dno tego separatora, po czym pary dwusiarczku węgla oczyszcza się na drodze barbotażu w ciekłej siarce i następnie pary te kondensuje się przez trójstopniowe chłodzenie przeponowe, utrzymując w poszczególnych stopniach temperaturę 40—50°C, 25—35°C i 17—20°C, a skroplony dwusiarczek węgla po dwóch pierwszych stopniach kondensacji odprowadza się z układu do zbiornika zaopatrzonego w sitowy filtr do wychwytywania siarki i ostatecznie kieruje do destylacji, natomiast kondensat dwusiarczku węgla otrzymany w trzecim stopniu odprowadza się wprost do destylacji.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że pary dwusiarczku węgla niewykondensowane w pierwszym stopniu, przed odprowadzeniem ich do drugiego stopnia kondensacji przepuszcza się przez warstwę wykondensowanego dwusiarczku węgla w płuczce.

3. Sposób według zastrz. 1 i 2, **znamienny tym**, że pary dwusiarczku węgla niewykondensowane w drugim stopniu przed odprowadzeniem ich do trzeciego stopnia kondensacji barbotuje się w płuczce przez wykondensowany dwusiarczek węgla.

4. Urządzenie do stosowania sposobu według zastrz. 1, stanowiące układ aparatury oczyszczającej, składający się z separatora grawitacyjnego do oddzielania zanieczyszczeń z par dwusiarczku węgla, kondensatorów tych par i instalacji do oczyszczania par dwusiarczku węgla i ciekłego dwusiarczku węgla **znamiennie tym**, że między grawitacyjnym separatorzem (1), a przeponowym rurowym kondensatorem (17) zawiera półkowy łapacz (9) do wychwytywania siarki zaopatrzony w barbotażową rurę (11) umieszczoną w dolnej części tego łapacza i zanurzoną w ciekłej siarce przy czym łapacz (3) połączony jest z rurowym kondensatorem (17) par dwusiarczku węgla poprzez kolumnę filtracyjną (15), zaś kondensator (17) połączony jest szeregowo poprzez płuczkę (18) z kondensatorem kolektorowym (23) i kondensatorem sitowo-rurowym (27), przy czym z płuczki (18) i płuczki (24) umieszczonej pod kondensatorem kolektorowym (23) odprowadzone są przewody (19) i (25) doprowadzające ciekły dwusiarczek węgla do zbiornika (20) zaopatrzonego w filtr (21) skąd ciekły dwusiarczek węgla odpro-

wadzany jest do destylacji, zaś z kondensatora (27) przewodem (29) ciekły dwusiarczek węgla odprowadzany jest bezpośrednio do kolektora (30).

5. Urządzenie według zastrz. 4, **znamiennie tym**, że grawitacyjny separator (1), zbudowany z dwóch komór, komory (2) większej i komory (3) mniejszej, ma w miejscu połączenia obu tych komór zamontowaną redukcyjną zwężkę (4) w kształcie leja i nad nią zawieszoną na linie (5) zastawkę (6) w kształcie stożka, przy czym dolna komora se-

paratora jest połączona z retortą (7), a jego górna komora z półkowym łapaczem (9) poprzez rurowy łącznik (8).

6. Urządzenie według zastrz. 4, **znamiennie tym**, że półkowy łapacz (9) w kształcie walca zamkniętego z góry pokrywą (10), ma umieszczone poziomo perforowane półki (14) dookoła pionowo usytuowanej barbotażowej rury (11), zakończonej dławicą (13) w miejscu jej połączenia z pokrywą (10), a od dołu podwójnym ząbkowanym obrzeżem (12).

