

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

86984

Opis patentowy
przedrukowano ze względu
na zauważone błędy

MKP B01d 3/04

Int. Cl.² B01D 3/04

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 04.03.74 (P. 169243)

Pierwszeństwo: 06.03.73 Republika
Federalna
Niemiec

Zgłoszenie ogłoszono: 01.04.75

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1977

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Hoch Bertrams Aktiengesellschaft, Muttenz, Szwajcaria;
Bayer Aktiengesellschaft, Leverkusen
(Republika Federalna Niemiec)

Sposób rozdzielania ciekłych mieszanin substancji korodujących oraz urządzenie do rozdzielania ciekłych mieszanin substancji korodujących

Wynalazek dotyczy sposobu i urządzenia do rozdzielania ciekłych mieszanin substancji korodujących na frakcję parową i ciekłą, przy pośrednim doprowadzeniu ciepła.

W przemyśle często powstaje konieczność rozdzielania, zateżnienia i/lub oczyszczania ciekłych mieszanin substancji. W zależności od rodzaju rozwiązywanego problemu, proponowano różne sposoby postępowania i różne urządzenia. Szczególnie trudne problemy stwarzają ciecz korodująca lub mieszaniny substancji zawierających składniki o działaniu korozyjnym. Ze względu na stosowane materiały konstrukcyjne, powstają przede wszystkim problemy wymiany ciepła, wpływające na ekonomikę metody, bowiem często niezbędne jest użycie drogich tworzyw konstrukcyjnych, które albo uniemożliwiają budowę instalacji, pozwalającej na przeróbkę większych ilości mieszanin substancji albo nadmiernie podnoszą koszty inwestycji. Użycie mniej odpornych materiałów konstrukcyjnych obciąża proces wysokimi kosztami eksploatacyjnymi, wskutek częstych remontów instalacji a ponadto ujemnie wpływa na bezpieczeństwo ruchu, ze względu na korozję lub podatność na pękanie materiałów aparatury.

W przemyśle chemicznym, jak również w innych przemysłach występują coraz większe ilości agresywnych lub korodujących cieczy, które muszą być poddawane przeróbce w celu ich powtórnego wykorzystania lub też zniszczone. Obok kwasów i innych mieszanin substancji korodujących, szczególny problem stwarza kwas siarkowy, który w wielu operacjach nie zostaje zużyty lecz występuje w toku procesu w postaci rozcieńczonej i często silnie zanieczyszczonej.

Specjalnie dla zateżnienia rozcieńczonego kwasu siarkowego zaproponowano szereg sposobów. Bardzo często stosowanym w skali technicznej sposobem zateżnienia kwasu siarkowego do umiarkowanych stężeń ok. 60% H_2SO_4 , jest odparowywanie drogą bezpośredniego ogrzewania spalinami. Sposoby z bezpośrednim ogrzewaniem gorącymi gazami są jednakże mało przydatne do wytwarzania kwasów o wysokich stężeniach ze względu na zanieczyszczone gazy odlotowe.

Opracowano metody z pośrednim ogrzewaniem, przeznaczone zwłaszcza do zateżnienia kwasu siarkowego powyżej 90%. Zateżnianie następuje zwykle w kotłach z żeliwa. Żywotność kotłów również przy zastosowaniu specjalnych stopów pozostawia jednak wiele do życzenia. Poza tym nie można budować kotłów o dowolnej

wielkości co powoduje, że dla instalacji o dużych wydajnościach zateżania, trzeba zestawiać szereg kotłów w baterie. Często kotły wyposaża się w kolumny rektyfikacyjne. Również ulepszone warianty tego typu metod posiadają niską sprawność cieplną i wykazują wysokie straty kwasu przy stężeniach końcowych 95-98%. Ponadto w aparaturze znajdują się stosunkowo duże ilości gorącego kwasu, który wskutek korozji może wydostać się w sposób nieprzewidziany na zewnątrz aparatury.

Części wymienionych trudności unika się przy metodach zateżania, stosujących odparowywanie pod zmniejszonym ciśnieniem. Dla metod próżniowych znane są różne warianty konstrukcji, opracowane częściowo dla specjalnych stężeń kwasu lub soli. Przy pomocy tak zwanej wyparki z filmem opadającym pracującej z rurą wyparną o opadającym filmie wykonaną z żelazokrzemu, można osiągnąć stężenie kwasu do około 93% H_2SO_4 . Poza tym zaproponowano również koncentrat o jednokrotnym odparowaniu filmu, w którym główna strefa odparowywania nie znajduje się w rurach z opadającym filmem, lecz w poziomo ułożonych, połączonych szeregowo rurach z płaszcami parowymi. Znany jest również jeszcze jeden sposób, w którym kwas siarkowy zateżany jest do stężenia końcowego około 93% w sposób periodyczny, pod zmniejszonym ciśnieniem około 23 Torów.

Aby uniknąć korozji opisano również aparatury, w których jako tworzywo konstrukcyjne zastosowano kwarc. Sposób według opisu patentowego USA nr 3 294 650 przewiduje również stosowanie zmniejszonego ciśnienia, podczas gdy dla stosunkowo małych wydajności znane są również pracujące przy ciśnieniu normalnym i ogrzewane elektrycznie aparatury kwarcowe.

Ługi można także zateżać w wyparkach z opadającym filmem, przy czym wyparki z opadającym filmem są ogrzewane przy pomocy stopionych soli. Opisany sposób postępowania nie może być jednakże przenoszony bez ograniczenia na korodujące ciecze lub mieszaniny cieczy.

Celem wynalazku jest usunięcie wymienionych trudności. Cel ten został osiągnięty dzięki wynalazkowi, który rozwiązuje sposób rozdzielania ciekłych mieszanin substancji korodujących przez odparowanie bardziej lotnych składników przy pośrednim doprowadzeniu ciepła, w cienkim filmie cieczy, wzdłuż korzystnie giętej pionowej ścianki z obojętnego, odpornego termicznie materiału, charakteryzującego się tym, że ścianka jest ogrzewana przez znajdujący się w kontakcie z nią obojętny stop, do którego w sposób ciągły doprowadza się ciepło przy pomocy np. innego stopu krążącego w obiegu i podgrzewanego w pośrednim urządzeniu ogrzewczym.

Sposobem według wynalazku można bezpiecznie pod względem eksploatacyjnym i ekonomicznie z punktu widzenia wykorzystania ciepła, w sposób ciągły zateżać lub rozdzielać silnie agresywne lub korodujące substancje lub mieszaniny tych substancji. Jednocześnie można również usuwać substancje szkodliwe lub oddzielać zanieczyszczenia. Sposób ten jest korzystny zwłaszcza dla kwasów nieorganicznych lub organicznych i rozpuszczalników. Sposób ten jest szczególnie korzystny do zateżania kwasu siarkowego, a zwłaszcza kwasu siarkowego o stężeniu 50-80% do stężenia co najmniej 94%. Wszystkie części aparatury poddane działaniu substancji korodujących są wykonane z materiału całkowicie lub w znacznym stopniu odpornego na korozję. Na elementy konstrukcyjne tej aparatury stosuje się zwłaszcza szkła borokrzemowe lub kwarc, a zwłaszcza szkło kwarcowe o wysokiej czystości rzędu 99,9% SiO_2 . Według tego sposobu pracuje się pod ciśnieniem normalnym, dzięki czemu nie są konieczne drogie urządzenia próżniowe. Proces można ewentualnie prowadzić przy niewielkich nadciśnieniach do 5 atm. W szczególnych przypadkach proces można prowadzić w atmosferze obojętnego gazu. Dzięki zastosowaniu pośredniego systemu ogrzewania przy pomocy ciekłego przenośnika ciepła, który ogrzewa się w warunkach daleko posuniętego wykorzystania energii cieplnej oleju opałowego, gazu ziemnego lub innych tanich źródeł energii, sposób cechuje się dobrą sprawnością cieplną, przy czym zapewnia się równomierne ogrzewanie powierzchni grzejnych. W przypadku najprostszej konstrukcji, poddawana przeróbce ciecz rozlewa się po ściance rury, która z drugiej strony ogrzewana jest obojętnym stopem. Stop krąży w obiegu poprzez wymiennik ciepła, gdzie ogrzewa się w sposób pośredni. Ze względów bezpieczeństwa, korzystnie jest jeśli między ciekłym przenośnikiem ciepła i poddawaną przeróbce agresywną mieszaniną substancji, znajduje się niewielka ilość również ciekłego materiału, który jest obojętny w stosunku do substancji korodujących. Ponadto ponieważ we właściwej rurze wyparnej znajduje się tylko bardzo mało gorącej cieczy, w przypadku nieprzewidzianych zakłóceń, jak np. pęknięcia rury wyparnej, nie następują żadne trudne do opanowania komplikacje.

Rysunek wyjaśnia bliżej przykłady wariantów prowadzenia sposobu względnie wykonania urządzenia. Fig. 1 przedstawia podstawowy wariant wykonywania sposobu, fig. 1a, 2, 2a, 3 i 3a układ rur wyparnych, fig. 4 wyparkę z opadającym filmem, w której gorące opary opuszczają rurę wyparki nie w przeciwnym kierunku ale we współprądzie względem zateżanego, ciekłego produktu, fig. 5 – wykonanie rury wyparki jako aparatury wyparnej z filmem wstępującym, fig. 6 – inny sposób zateżania i oczyszczania kwasu siarkowego, podczas gdy fig. 7, 8 i 9 przedstawiają wykonanie stopnia wyparnej i zamontowanej kolumny, które mogą być stosowane na przykład w urządzeniu według fig. 6.

Rysunek przedstawia zaledwie niektóre możliwe względnie zalecane rozwiązania konstrukcyjne, oczywiście możliwe są i inne warianty, które są zgodne z wynalazkiem. I tak przykładowo, obojętny stop może jeszcze

dotatkowo krążyć w obiegu wymuszonym. Poza tym obojętny stop może być również ogrzewany przez węzownice grzejne, zanurzone bezpośrednio w stopie lub inaczej skonstruowane elementy grzejne wymiennika cieplnego. Wreszcie, układ według fig. 1 względnie 1a może być tak zmodyfikowany, że poddawana przeróbce ciecz znajduje się w zewnętrznej rurze a krążący w obiegu stop w rurze wewnętrznej.

Jak przedstawia to fig. 1 poddawana rozdzielaniu ciekła mieszanina substancji względnie zatężana ciecz, podawana jest ze zbiornika 1 pompą dozującą 2 do wymiennika ciepła 3 i ogrzewana w nim do temperatury możliwie zbliżonej do temperatury wrzenia a następnie doprowadzana do stopnia wyparnego 5. W stopniu wyparnym ciecz spływa w rurze wyparnej cienkim filmem i zostaje rozdzielona na frakcje ciekłą 22 i frakcje parową 23. Ciepło frakcji ciekłej może być wykorzystane do ogrzewania wymiennika ciepła 3, a następnie frakcja ta zostaje dalej schłodzona w chłodnicy 9. Frakcja ciekła spływa wreszcie do zbiornika 10. Frakcja parowa 23 zostaje schłodzona i skroplona w kondensatorze 11. Wymiennik ciepła 11 jest z reguły częścią wymiennika ciepła 3. W wewnętrznym płaszczu 5b znajduje się ciekły materiał, korzystnie stop, np. stop metaliczny lub stopione sole. Stosuje się taki stop, który jest obojętny względem zatężanej substancji i którego temperatura topnienia jest możliwie niska. Obojętny stop 5c, korzystnie jest ogrzewać w zakresie 180-550°C przy pomocy stopu krążącego w obiegu w zewnętrznym płaszczu 5d. Korzystnie jest stosować tutaj stopione sole o odpowiedniej, również nie za wysokiej temperaturze topnienia, sole te podgrzewa się w urządzeniu ogrzewczym 15. W zakresie temperatur 50-180°C cały zespół wyparki jest ogrzewany przy pomocy pary nasyconej.

Stopień wyparny 5 może być skonstruowany z trzech współosiowo ustawionych rur, przy czym wewnętrzna rura wyparna 5a jest wykonana z materiału odpornego na działanie zatężonej cieczy, korzystnie ze szkła kwarcowego. Wewnętrzny oraz zewnętrzny płaszcz jest wykonany z reguły z metalu, zwykle ze stali. Jak pokazano na fig. 6, szereg rur wyparnych 5a, a w danym przypadku otoczonych przez wewnętrzne rury stanowiące płaszcz 5d, może być połączonych równolegle i następnie ogrzewanych wspólnie przez krążący w obiegu stop. Jednakże szereg rur wyparnych 5a, otoczonych przez wnętrze rury płaszczowej 5b może być również połączonych szeregowo, a następnie ogrzewanych albo osobno albo też wspólnie.

Dalsze możliwości ustawienia stopni wyparnych przedstawiają fig. 2, 2a, 3 i 3a. Fig. 2 i 2a pokazują stopień wyparny, w którym rury wyparne 5a są umieszczone wspólnie z obojętnym stopie 5c, który następnie jest ogrzewany od wewnątrz i z zewnątrz stopem krążącym w obiegu. Fig. 3 i 3a przedstawiają podobne w zasadzie ustawienie stopnia wyparnego jak fig. 1, z tą jednak różnicą, że we wnętrzu rury wyparnej 5a umieszczony jest wyparnik, który w danym przypadku może być zraszany cieczą poddawaną przeróbce. Rozwiązanie takie nadaje się na przykład jako wyparka ze wstępującym filmem.

Jak pokazano to na fig. 6-9, stopień wyparny 5 jest z reguły wyposażony w kolumnę odpędową — kolumnę rektyfikacyjną 6, w której zachodzi wymiana masy i energii między gorącymi oparami stopnia wyparnego i zatężoną cieczą. Ta kolumna rektyfikacyjna może posiadać konstrukcję kolumny z wypełnieniem lub kolumny z półkami dzwonowymi. W przypadku kolumny z półkami dzwonowymi, do wykonania poszczególnych półek dzwonowych mogą być zastosowane rozmaite materiały jak na przykład kwarc, szkło borokrzemowe, żeliwa lub stal, w zależności od termicznych warunków pracy. Kolumna z półkami dzwonowymi daje ponadto możliwość osobnego odprowadzania poszczególnych frakcji oparów. Miejscem wprowadzania kwasu jest co najmniej jedna półka rektyfikacyjna, która przy pomocy skroplonych oparów uwalnia opary nieskroplowe od zawartych w nich par kwasu i porwanych kropelek kwasu. Stopień wyparny 5 i kolumna rektyfikacyjna 6 mogą być w różny sposób ustawione względem siebie. Ponadto w stopniu wyparnym 5 można prowadzić proces zarówno we współ- jak i przeciwpłądzie ale w kolumnie rektyfikacyjnej 6 stosuje się wyłącznie zasadę przeciwpłądu frakcji ciekłej względem frakcji parowej.

Jak przedstawiono to na fig. 6-8 jednostka wyparna pracuje metodą przeciwpłądu. W przypadku układu 5 i 6 przedstawionego na fig. 8, jednostka wyparna 5 może być uwielokrotniona, a gorące opary kierowane do centralnej kolumny rektyfikacyjnej 6. Fig. 4 i 9 przedstawiają wariant sposobu, w przypadku którego opary opuszczają stopień wyparny 5 we współpłądzie z frakcją ciekłą. W przypadku rozwiązania według fig. 9 ciekłą, zatężoną frakcję utrzymuje się w obiegu przy pomocy pompy 22a. Fig. 5 przedstawia konstrukcję stopnia wyparnego w formie wyparki ze wstępującym filmem.

Sposób według wynalazku jest wyjaśniony dokładniej na przykładzie zatężania kwasu siarkowego. Rozwiązania konstrukcyjne odnoszą się w odpowiednio również do zatężania innych korodujących cieczy, względnie do rozdzielania mieszanin substancji, które zawierają co najmniej jeden składnik o własnościach korozyjnych. Rozcieńczony i zanieczyszczony kwas o stężeniu 50-80%, korzystnie 60-75% wagowo, oczyszcza się i zatęża w urządzeniu według fig. 6. Bardziej rozcieńczony kwas może być przykładowo wstępnie zatężony przy pomocy gorących oparów wymiennika ciepła 11. Odsącza się przy tym nieco krystalizujących substancji stałych. Oczywiście wstępne zatężanie można również prowadzić w innych zwykłych urządzeniach, jak na

przykład w wyparce z palnikami nurnikowymi. Kwasy o stężeniu powyżej 69% wagowo, przed wprowadzeniem do kolumny odpędowej zostają odpowiednio rozcienczone, korzystne jest jednak umieszczanie co najmniej jednej półki, jak pokazano na fig. 9 powyżej miejsca zasilania, aby przez odpowiednio ustalony stosunek powrotu, utrzymywać na tej półce stężenie kwasu poniżej 69% wagowo. W ten sposób unika się przedostawania kwasu do oparów opuszczających kolumnę. Kwas ze zbiornika 1 poprzez pompę dozującą 2 dostaje się do wymiennika ciepła 3, w którym ogrzewa się do temperatury 140-190°C przy pomocy gorących stężonych kwasów, opuszczających stopień wyparny 5. Z wymiennika ciepła 3 wstępnie podgrzany kwas przechodzi do kolumny odpędowej 6, gdzie jest poddawany, w danym przypadku, działaniu substancji pomocniczej, doprowadzanej ze zbiornika 7 przez pompę dozującą 8. Jako substancje pomocnicze dodaje się środki przeciwpieniące, jak również chemikalia na przykład kwas azotowy, które utleniają lub redukują zanieczyszczenia kwasu i korzystnie przeprowadzają w stan gazowy, a w danym przypadku również w stan stały. Aby podwyższyć efekt oczyszczania można, w tym przypadku, wprowadzanie kwasu razem z substancjami pomocniczymi oraz doprowadzanie energii zewnętrznej prowadzić w obiegu przy pomocy pompy 6c (fig. 7 i 8). Z kolumny odpędowej 6 kwas zostaje następnie rozlany przez głowicę rozdzielacza 6d w postaci opadającego filmu w rurze wyparnej 5a stopnia wyparnego 5. Każdy element wyparny może przy jednorozowym przepływie, wytwarzać około 5-30 t/dobę co najmniej 94% kwasu, przy średnicy rury wyparnej 5a wynoszącej 150-400 mm. Między wewnętrzną rurą wyparną 5a i płaszczem 5b znajduje się stop, którego temperatura topnienia jest możliwie niska, ale który jednakże nawet w temperaturze wrzenia zatężanego kwasu nie posiada żadnej istotnej prężności par. Korzystnie stosuje się stopy metali, jak na przykład stop bizmutu i ołowiu topiący się w temperaturze 120-125°C. Zastosowanie tego bardzo nisko topliwego stopu posiada tę zaletę, że w przypadku przerwy w pracy urządzenia stop ten przez proste dodatkowe ogrzewanie parowe, w danym przypadku przez ogrzewanie parą rury wyparnej 5a, może być utrzymywany w ciekłym stanie. Rura wyparna 5a wykonana jest z kwarcu, korzystnie o czystości 99,9% SiO₂. Umocowanie rury ze szkła kwarcowego 5a w stopniu wyparnym 5 dokonuje się korzystnie pod jej własnym ciężarem i ewentualnie ciężarem nadbudowanej kolumny odpędowej 6, tak, że rura podlega naprężeniom ciśnieniowym tylko w kierunku promieniowym i osiowym. Korzystnie jest jeśli dolna część rury kwarcowej, w celu lepszego uszczelnienia jest sferycznie rozszerzona lub też wyposażona w duży płaski szlif. Kolumna odpędowa 6 może być nie tylko nasadzona bezpośrednio na rurę wyparną 5a (fig. 7), lecz również ustawiona z boku (fig. 8). W tym przypadku części łączące kolumnę i rurę wyparną posiadają konstrukcję elastyczną.

Rura wyparna 5a jest ogrzewana stopem 5e za pośrednictwem stopu 5c, który znajduje się między wewnętrznym płaszczem 5b i zewnętrznym płaszczem 5d. Korzystnie jest stosować stopione sole o temperaturze topnienia 140-160°C i składzie 53% KNO₃, 44% NaNO₃ i 7% NaNO₂. Można stosować jednak również inne stopy cechujące się niską temperaturą topnienia, minimalną prężnością pary w temperaturze pracy, a poza tym nie ulegające rozkładowi. Ponieważ jako materiał konstrukcyjny dla tych części aparatury, które stykają się ze stopem stosuje się ze względów ekonomicznych stal, stop nie powinien również wykazywać działania korodującego. Obok wspomnianych stopów można stosować jeszcze stopy oparte na bazie bizmutu i/lub ołowiu i/lub galu i/lub cyny i/lub cynku, o temperaturze topnienia 25-150°C.

Ciepło niezbędne do zatężania doprowadza się poprzez urządzenie ogrzewcze 15, przez które krąży utrzymywany w obiegu stop grzejny 5e. Olej opałowy lub gaz ziemny 16 spala się, jeśli to jest możliwe ze względu na ograniczenie emisji, z pozostałościami 14 przy pomocy zespołu palników 17. Wytworzone ciepło przekazywane jest do stopu krążącego w systemie rur 18, który ogrzewa się tu do temperatury 100-550°C. Część swego ciepła gazy spalinowe oddają w wymienniku ciepła 19, ogrzewając powietrze używane do spalania.

W rurze wyparnej 5a kwas siarkowy zostaje zatężony do 94-98,3% i następnie ochłodzony w wymienniku ciepła 3 oraz chłodnicy dodatkowej 9. W danym przypadku między wymiennikiem ciepła 3 i chłodnicą dodatkową 9 włączone jest urządzenie oddzielające ciała stałe (wykryształizowane sole). W danym przypadku zbiornik 10 jest urządzony również jako zbiornik sedymentacyjny dla ciał stałych. Oddzielanie soli w trakcie zatężania w rurze wyparnej 5a nie jest szkodliwe, ponieważ jak to wykazały specjalne badania są one stale wmywane i usuwane z rury wyparnej razem z odpływającym kwasem. Cały stopień wyparny pracuje w warunkach zbliżonych do ciśnienia atmosferycznego.

Za pośrednictwem przewodu nadmuchowego 20 instalacja wyparna może być utrzymywana przez cały czas pracy w warunkach niewielkiego nadciśnienia gazu obojętnego. Nadmierny wzrost ciśnienia, związany z nieprzewidzianymi gwałtownymi zjawiskami odparowywania w rurze wyparnej 5a, zostaje natychmiast zlikwidowany przy pomocy urządzenia 21 stanowiącego zawór bezpieczeństwa.

Oparę opuszczającą kolumnę odpędową 6, to jest łatwo lotne frakcje, zostają skroplone w wymienniku ciepła 11 i odprowadzone do oddzielacza oleju lub substancji stałych 12. Kondensat w postaci wody o wysokiej czystości jest usuwany z instalacji wyparnej do odprowadzenia 13. Oleje oraz inne zanieczyszczenia organiczne, które zawarte były w oparach, zostają odebrane w odprowadzeniu 14 i skierowane bezpośrednio do spalania w instalacji ogrzewczej 15.

Sposób według wynalazku jest szczególnie przydatny do rozdzielania ciekłych mieszanin substancji, w przypadku których wymagane są temperatury powyżej 200°C, a zwłaszcza powyżej 250°C.

Sposób według wynalazku wyjaśniają dokładniej poniżej podane przykłady prowadzenia procesu.

Przykład I. W instalacji o układzie zbliżonym do przedstawionego na fig. 6 zainstalowana jest rura wyparna ze szkła kwarcowego, o zanieczyszczeniu 8 ppm, średnicy 200 mm i długości 5 m. Jako kolumna rektyfikacyjna został zainstalowany zespół pięciu półek z topionego kwarcu, czystość 98%, względnie szkła borokrzemowego. Przy pomocy tłokowej pompy dozującej doprowadzano przez wymiennik ciepła do głowicy kolumny rektyfikacyjnej 400 kg/godz. kwasu siarkowego o stężeniu 70%. Kwas siarkowy był zanieczyszczony dwoma związkami organicznymi, głównie mono- i dwunitrotoluenem. Temperatura kwasu wprowadzanego do kolumny wynosiła 100°C, a temperatura oparów wychodzących w tym samym miejscu 113°C. Przy skropleniu gorących oparów i ochłodzeniu do temperatury 25°C powstała faza wodna i organiczna. Faza organiczna mogła być zwracana do procesu. Faza wodna zawierała niewielkie ilości kwasu siarkowego. Stop soli był ogrzewany do 460°C i w stopniu wyparnym schładzał się do 400°C. Kwas siarkowy, wypływający z części wyparnej posiadał stężenie 96% i temperaturę 314°C. W chłodnicy mieszalnikowej kwas był wstępnie chłodzony przez zmieszanie z kwasem zimnym, a przed ostatecznym odprowadzeniem z instalacji wyparnej był chłodzony do 25°C w chłodnicach zraszanych wodą.

Przykład II. W instalacji analogicznej jak opisana w przykładzie I, ustalono ilość doprowadzanego kwasu siarkowego o stężeniu 70% na 225 kg/godz. Jakość kwasu była porównywalna z kwasem opisanym w przykładzie I. Temperatura kwasu wprowadzanego na kolumnę rektyfikacyjną wynosiła 102°C, temperatura przy wejściu do rury wyparnej 250°C, a temperatura przy wyjściu z rury wyparnej 323°C. Temperatura oparów przy wyjściu z części wyparnej wynosiła 290°C, przy wyjściu z kolumny rektyfikacyjnej 152°C a przy wyjściu z instalacji 35°C. Na półkę zasilającą jednostki wyparnej dodawano 0,5-1% objętościowo kwasu azotowego o stężeniu 65%, w przeliczeniu na odpływający kwas siarkowy. Stop soli przy wejściu do jednostki wyparnej posiadał temperaturę 445°C a przy wejściu 415°C. Stężenie kwasu na pierwszej półce dzwonowej wynosiło 73,9% H_2SO_4 , na drugiej – 76,1% H_2SO_4 , na trzeciej – 85,2% H_2SO_4 , na czwartej – 95,6% H_2SO_4 a na piątej – 96,6% H_2SO_4 . Zatężony kwas posiadał stężenie 97,8% H_2SO_4 . Zawartość węgla obniżyła się z początkowej wartości 1,2% na 0,0004%.

Przykład III. W aparaturze o układzie podobnym do przedstawionego na fig. 7, przeróbce poddawano odpadowy kwas siarkowy z procesu nitracji. Stężenie początkowe wynosiło 75% H_2SO_4 . Kolumna rektyfikacyjna składała się z czterech półek dzwonowych ze szkła kwarcowego. Temperatura na poszczególnych półkach dzwonowych wynosiła na pierwszej półce 100°C, na drugiej – 175°C, na trzeciej – 240°C, a na czwartej – 318°C. Temperatura kwasu doprowadzanego na kolumnę rektyfikacyjną wynosiła 99°C, a do rury wyparnej 318°C. Temperatura ścianek zewnętrznych rury wyparnej wynosiła 430°C. Zatężony kwas posiadał stężenie 98,2% H_2SO_4 i zawierał 0,0003% C, 0,034% NO_2 i 0,0028% Fe.

Przykład IV. W instalacji pracującej według sposobu przedstawionego schematycznie na fig. 9, zatężano odpadowy kwas siarkowy o stężeniu 70%. Kolumna rektyfikacyjna w tym przypadku posiadała konstrukcję kolumny z wypełnieniem. Zatężony kwas utrzymywany był w obiegu przy pomocy pompy 22a. Ilość przepompowywanego kwasu w stosunku do ilości kwasu odprowadzanego z procesu wynosiła jak 3 : 1. Kwas krążący w obiegu i kwas odprowadzany jako produkt posiadały stężenie 95,3% H_2SO_4 . W kolumnie z wypełnieniem ulegał on zatężeniu do 85% H_2SO_4 i zawierał już tylko niewielkie ilości zanieczyszczeń organicznych. Zanieczyszczenia te utleniano przez dodanie 1% objętościowych kwasu azotowego o stężeniu 65%, w przeliczeniu na odprowadzany kwas siarkowy. Kwas siarkowy znajdujący się w obiegu miał temperaturę 280°C, a kwas wypływający z kolumny z wypełnieniem do części wyparnej temperaturę 265°C. Temperatura oparów odchodzących przy wyjściu z rury wyparnej wynosiła 307°C. Kolumnę rektyfikacyjną opuszczały opary o temperaturze 110°C.

We wszystkich przedstawionych przykładach ilości odgazów były bardzo małe. Tylko niewielkie ślady SO_2 można było oznaczyć analitycznie. Główny składnik odgazów stanowił dwutlenek węgla.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób rozdzielania ciekłych mieszanin substancji korodujących, przez odparowanie łatwiej lotnych składników przy pośrednim doprowadzeniu ciepła w cienkim filmie cieczy, wzdłuż giętej pionowej ścianki z obojętnego, termicznie odpornego materiału, z n a m i e n n y t y m, że ścianka jest ogrzana przez znajdujące się z nią w kontakcie, obojętne względem mieszaniny przerabianych substancji, ciekłe medium, do którego w sposób ciągły jest doprowadzane ciepło przy pomocy stopu krążącego w obiegu i podgrzewanego w pośrednim urządzeniu grzejnym.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że film cieczy wytworzony jest na wewnętrznej stronie pionowej rury otoczonej podwójnym płaszczem, a w wewnętrznym płaszczu, jako medium przenoszące ciepło, znajduje się obojętny względem mieszaniny substancji stop, który jest ogrzewany przez stop krążący w obiegu w zewnętrznym płaszczu, do którego w sposób ciągły doprowadzane jest ciepło.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że film jest wytwarzany na zewnętrznej stronie pionowej rury, w której wewnątrz znajduje się obojętne medium.

4. Sposób według zastrz. 2, z n a m i e n n y t y m, że w celu poprawienia wymiany ciepła, stop w wewnętrznym płaszczu poruszany jest w sposób wymuszony.

5. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że mieszanina rozdzielonych substancji jest ogrzewana przez wymianę ciepła z oddzielną ciekłą i/lub parową frakcją.

6. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że podgrzana mieszanina rozdzielanych substancji, przed wprowadzeniem do stopnia wyparnego podlega wymianie masy z oparami.

7. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że rozdzielaną mieszaninę stanowią rozcienczone kwasy, korzystnie kwas siarkowy, które są zatężane i/lub oczyszczane.

8. Sposób według zastrz. 7, z n a m i e n n y t y m, że jako mieszaninę rozdzielanych substancji stosuje się kwas siarkowy o stężeniu 50-80%.

9. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że stopień wyparny jest podzielony na szereg stopni.

10. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że film cieczy wytwarzany jest w postaci filmu zraszającego, wstępującego lub opadającego.

11. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jest prowadzony przy ciśnieniu około 1-5 atmosfer.

12. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że jest prowadzony w atmosferze gazu obojętnego.

13. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że obojętny stop stanowi łaźnia ze stopionego metalu a krążący w obiegu stop stanowią stopione sole.

14. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że w krążącym stopie utrzymywany jest gradient temperaturowy odpowiadający stanowi wrzenia mieszaniny rozdzielanych substancji.

15. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że do mieszaniny rozdzielanych substancji dodawane są substancje pomocnicze.

16. Urządzenie do rozdzielania ciekłych mieszanin substancji korodujących, przez odparowanie łatwo wrzącej frakcji przy pośrednim doprowadzeniu ciepła, z n a m i e n n e t y m, że składa się z wymiennika ciepła (3) i stopnia wyparnego (5) z rurą wyparną (5a) wykonaną z obojętnego, termicznie odpornego materiału, płaszcza (5b) otaczającego rurę wyparną (5a), zawierającego obojętne ciekłe medium oraz z zewnętrznego płaszcza (5d) otaczającego płaszcz (5b), zawierającego krążący w obiegu stop, urządzenia ogrzewczego (15) dla stopu krążącego w obiegu oraz chłodnicy (9) względnie kondensatora (11) do chłodzenia oddzielonej ciekłej względnie parowej frakcji.

17. Urządzenie według zastrz. 16, z n a m i e n n e t y m, że rura wyparna (5a) jest wykonana z kwarcu.

18. Urządzenie według zastrz. 16, z n a m i e n n e t y m, że zawiera szereg rur wyparnych (5a) połączonych równolegle i/lub szeregowo.

19. Urządzenie według zastrz. 16, z n a m i e n n e t y m, że między wymiennikiem ciepła i stopniem wyparnym (5) włączona jest kolumna odpędowa (6).

20. Urządzenie według zastrz. 16, z n a m i e n n e t y m, że w rurze wyparnej (5a) znajduje się wyparnik (5f).

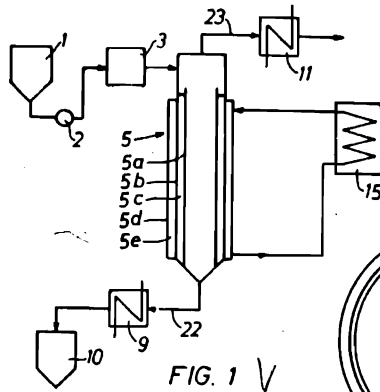


FIG. 1

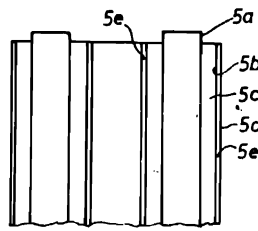


FIG. 2

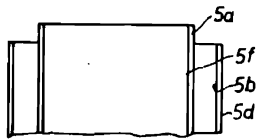


FIG. 3

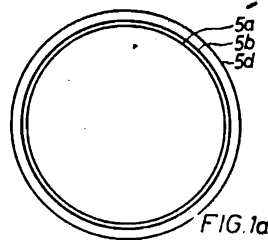


FIG. 1a

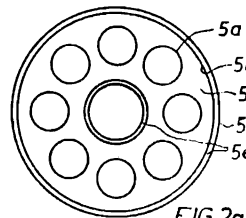


FIG. 2a

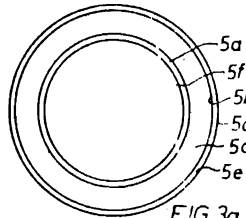


FIG. 3a

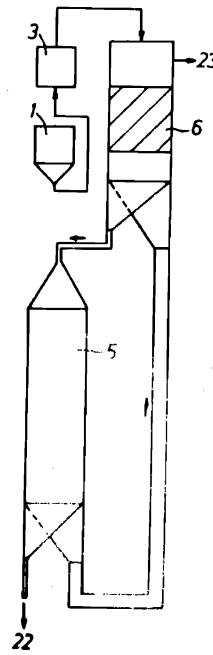


FIG. 4

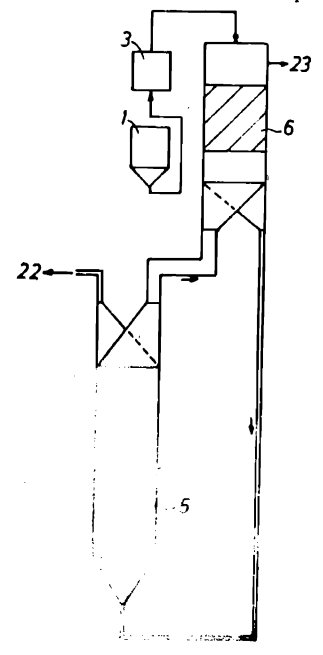


FIG. 5

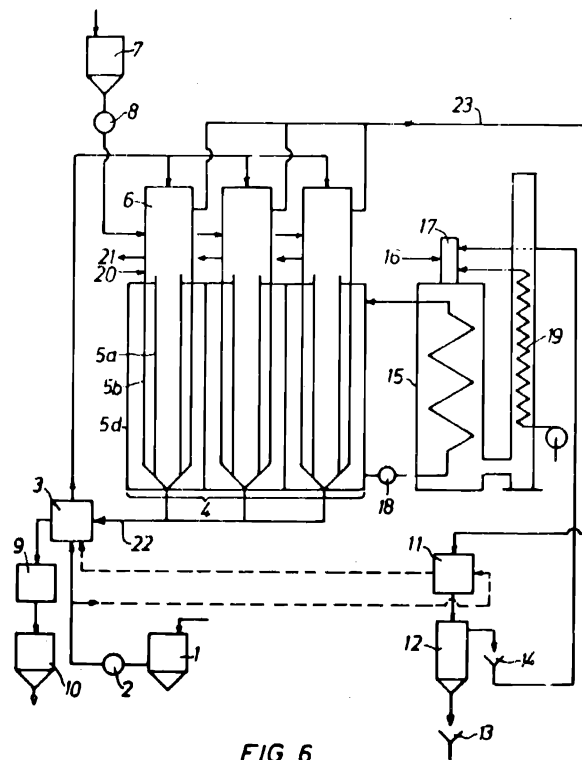


FIG. 6

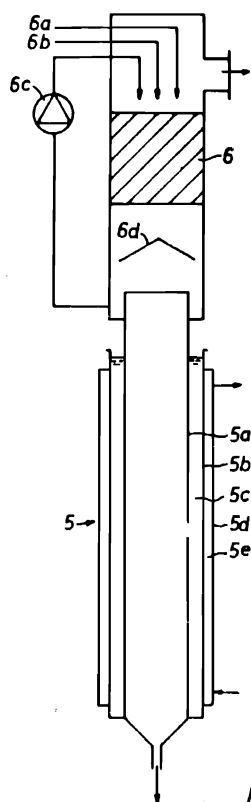


FIG. 7

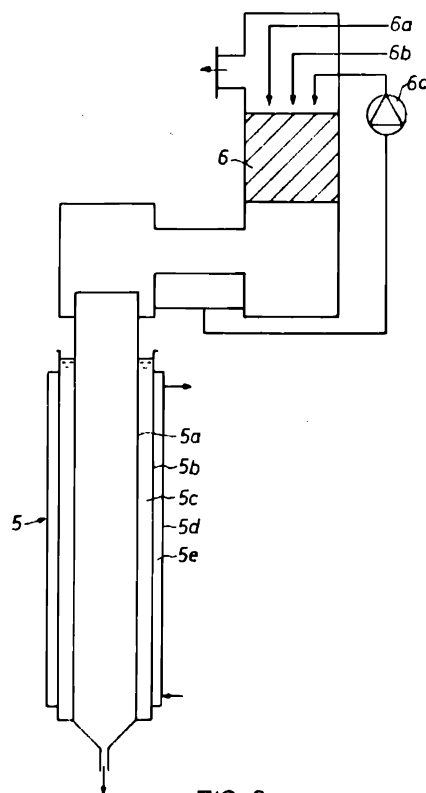


FIG. 8

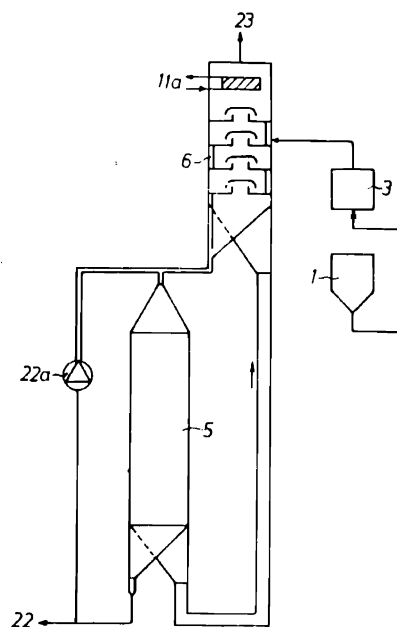


FIG. 9