**Разработка и исследование процесса выделения нафталина и других летучих веществ из конденсата вакуум-содовой сероочистки**

А.Ф.Гре6енюк (ДонГТУ), Ю.И.Елисеев, П.Ф.Касторный, А.В.Квасов, В.И.Милютин (Авдеевский коксохимический завод) и В.Ф.Шипицын (Коксохимстанция)

Опыт работы цехов сероочистки показывает, что при неудовлетворительном охлаждении коксового газа в конечных газовых холодильниках происходит накапливание нафталина и смолистых веществ в поглотительном растворе, что влечет за собой ухудшение работы абсорберов, регенераторов, конденсаторов-холодильников и вакуум-насосов.

Выделение нафталина и смолы из поглотительного раствора путем отстаивания представляет собой сложную задачу, так как они образуют со щелочным раствором стойкую эмульсию. Между тем существует эффективное решение этой задачи, основанное на полной десорбции нафталина из поглотительного раствора при нагревании его под вакуумом в регенераторе и последующей конденсации паров в конденсаторах-холодильниках. В результате реализации этих процессов нафталин концентрируется в барометрическом конденсате, из которого он может быть выделен сравнительно легко, например отстаиванием.

Благодаря существенной разнице плотностей нафталина и водного конденсата и сравнительно небольшому объему последнего (~7 % от объема поглотительного раствора) обеспечивается высокая эффективность процесса. Одновременно с нафталином из конденсата выводятся и другие компоненты каменноугольной смолы, извлекаемые из коксового газа в скрубберах. Таким образом, предварительное отстаивание барометрического конденсата от нафталина и каменноугольных масел перед смешиванием его с регенерированным раствором может быть эффективным средством улучшения работы сероочистки.

Кроме "органики" барометрический конденсат содержит в растворенном состоянии сероводород и цианид водорода, количество которых в зависимости от условий достигает 30 % от извлекаемого из коксового газа в скрубберах. При смешиваш и конденсата с регенерированным раствором концентрация сероводорода и цианида водорода в нем возрастает, что способствует образованию балластных солей и ухудшению поглотительной способности раствора. Для уменьшения этого отрицательного эффекта представляется целесообразным осуществлять десорбцию сероводорода и цианида водорода из конденсата обработкой его паром под вакуумом в специальном аппарате, например в наса-дочной колонне.

На Авдеевском коксохимическом заводе нами были проведены лабораторные исследования процессов выделения из барометрического конденсата нафталина отстаиванием, а также сероводорода и цианида водорода — десорбцией при нагревании под вакуумом. Конденсат отбирали из барометрической трубы, по которой он стекает из конденсатора-холодильника в барометрический, сборник, с помощью специального пробоотборника. Пробу конденсата объемом 0, 5 л помещали в стакан, где она отстаивалась в течение определенного времени, а затем разделялась декантацией на водную и органическую фазы. По измеренным массе и объему фаз, плотности органики и водного конденсата рассчитывали степень разделения. Она составила: при отстаивании в течение 1 ч 0, 35; 3 ч 0, 7; 5 ч 0, 95.

В 1989 г. на Авдеевском заводе в цехе сероочистки №2 была установка для вывода органических соединений из барометрического конденсата. Основным аппаратом этой установки является сепаратор, представляющий собой цилиндрический резервуар, снабженный штуцерами для ввода конденсата и вывода продуктов разделения. Конденсат поступает самотеком из барометрического сборника в среднюю часть отстойника, где под действием гравитационных и центробежных сил происходит отделение "органики", имеющей плотность 1060 кг/м3, от конденсата. Очищенный конденсат выводится из верхней части отстойника и поступает самотеком в сборник регенерированного раствора, а "органика" периодически откачивается из нижней части отстойника насосом в автоцистерну и поступает в смолоперерабатывающий цех.

Результаты обследования работы установки приведены в таблице. Анализ этих данных показывает, что установка обеспечивает выделение из барометрического конденсата до 98 % содержащейся в нем "органики". Плотность ее составляла 1055— 1069 кг/м3, температура начала кристаллизации 37 °С. По данным хроматографического анализа, она содержит 1—4 % легких ароматических углеводородов, 33—44 % нафталина, 9—11 % метилнафталинов, 8—10 % аценафтена, б—8 % флуорена, антрацена и фенантрена.

Методика лабораторных исследований процесса десорбции сероводорода и цианида водорода заключалась в кипячении определенного объема барометрического конденсата в колбе под вакуумом 70—80 кПа с последующим определением содержания компонентов в исходном конденсате и после кипячения. Лабораторная установка включала коническую колбу объемом 1 л, нагреватель, водяной холодильник, сборник вторичного конденсата и вакуум-насос.

Для выполнения опыта в колбу заливают 0, 5 л барометрического конденсата, очищенного от нафталина и смолистых веществ отстаиванием. Интенсивность нагревания регулировали таким образом, чтобы кипение конденсата протекало спокойно, без перебросов его в холодильник. После окончания опыта определяли объемы жидкости в колбе и сборнике, содержание сероводорода, цианида водорода и нафталина в исходном конденсате, остатке после кипячения и во вторичном конденсате.

В исходном конденсате концентрация компонентов колебалась в пределах, г/л: 1, 2—2, 5 сероводорода; 0, 9—1, 8 цианида водорода; 0, 04—0, 09 нафталина. При вакууме в колбе 81—82 кПа, температуре кипячения 58—60°С и степени упаривания конденсата 4—10 % степень десорбции составляла, %: 75—98 сероводорода; 50—90 цианида водорода;80—90 нафталина.

Очищенный таким образом конденсат целесообразно использовать в качестве теплоносителя в цикле "первичные газовые холодильники —регенераторы сероочистки" вместо поглотительного раствора. Такая замена позволит уменьшить интенсивность процессов образования балластных солей в поглотительном растворе и коррозии трубопроводов, а также увеличить эффективность теплообмена в первичных газовых холодильниках. В настоящее время в цехе сероочистки №2 Авдеевского коксохимического завода заканчивается монтаж опытно-промышленной установки для десорбции сероводорода, цианида водорода и летучих органических веществ из барометрического конденсата, на которой будут продолжены исследования процесса. Таким образом, выполненные в лабораторных и производственных условиях исследования показали, что нафталин и смолистые вещества, улавливаемые при промывке коксового газа в скрубберах содовым раствором, могут быть эффективно выделены из системы путем отстаивания барометрического конденсата перед его смешиванием с регенерированным раствором. Даже при сравнительно высокой температуре коксового газа в серных скрубберах (50—55°С) количество органической фазы, выделяемой из барометрического конденсата в сепараторе, составляет 20—25 % от содержания нафталина и смолистых веществ в коксовом газе. При более низких температурах коксового газа в скрубберах из него может быть выделено 60— 70 % нафталина и смолистых веществ.

Основываясь на результатах исследований, авторы считают возможным и целесообразным совмещение конечного охлаждения коксового газа с предварительной очисткой его от сероводорода и цианида водорода промывкой в конечных газовых холодильниках охлажденным поглотительным раствором сероочистки. После регенерации в отдельном регенераторе с выводом нафталина и смолистых веществ по разработанной технологии этот раствор может эффективно охлаждаться в водяных холодильниках, не требуя частых чисток последних. Выделенные в регенераторе газы перерабатываются вместе с сероводородным газом существующей сероочистки в серную кислоту.

Таким образом, становится возможной реализация двухступенчатой схемы очистки коксового газа от сероводорода и цианида водорода на действующих предприятиях без установки дополнительных скрубберов с одновременным решением известных проблем конечного охлаждения газа. Разработанная авторами технология очистки барометрического конденсата сероочистки от нафталина, смолистых веществ и растворенных газов защищена патентами Российской Федерации и Украины.

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Опыт | Место отбора конденсата | Содержание в конденсате  нафталина, г/л | Содержание в конденсате  смолистых веществ, г/л |
| 1 | После конденсаторов-холодильников №1 | 1, 824 | 9, 1 |
|  | После конденсаторов-холодильников №2 | 1, 216 | 7, 64 |
|  | После установки вывода органических веществ | 0, 288 | 0, 035 |
| 2 | После конденсаторов-холодильников №1 | 0, 597 | 0, 696 |
|  | После конденсаторов-холодильников №2 | 1, 707 | 8, 863 |
|  | После установки вывода органических веществ | 0, 128 | 0, 087 |