

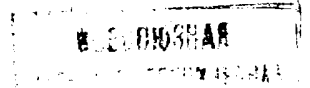


СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) SU (11) 1519526 A3

(51) 4 В 01 J 19/00, С 07 С 63/06

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ
ПО ИЗОБРЕТЕНИЯМ И ОТКРЫТИЯМ
ПРИ ГНТ СССР



ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ

1

- (21) 4355159/23-26
(22) 12.02.88
(31) Р 37047205
(32) 14.02.87
(33) DE
(46) 30.10.89. Бюл. № 40
(71) Динамит Нобель АГ (DE)
(72) Ганс Лойк и Ганс-Ерг Вестерманн (DE)
(53) 66.097(088.8)
(56) Патент США № 3064044, кл. 260-524, 1962.
(54) УСТРОЙСТВО ДЛЯ КАТАЛИТИЧЕСКОГО ЖИДКОФАЗНОГО ОКИСЛЕНИЯ КСИЛОЛОВ И/ИЛИ СЛОЖНЫХ ЭФИРОВ ТОЛОИЛОВОЙ КИСЛОТЫ
(57) Изобретение относится к устройству для каталитического жидкофазного окисления ксилолов и/или сложных эфиров толоилловой кислоты и позволяет повысить селективность процесса и выход целевого продукта. Верхняя часть корпуса снабжена трубопроводами для подачи ксилолов и/или сложных эфиров толоилловой кислоты, катализатора и рециркулируемой жидкости и

2

трубопроводами для отвода газовой фазы, а нижняя часть - трубопроводом для подачи окислителя, подключенным к установленному в корпусе распределителю, и трубопроводом для отвода продукта окисления, а также охлаждающим приспособлением, причем отличительная особенность заключается в том, что нижняя часть корпуса снабжена трубопроводом для отвода содержащей катализатор жидкой фазы с расположенным в нем насосом, выход которого входит в распределитель, выполненный в виде по меньшей мере одного сопла, устье которого установлено на высоте от дна, соответствующей 0,02-0,5-кратной высоте корпуса, причем трубопровод для отвода содержащей катализатор жидкой фазы снабжен охлаждающим приспособлением и трубопровод для подачи окислителя и выход трубопровода для отвода содержащей катализатор жидкой фазы подключены к выполненным в сопле каналам, входящим в выполненную перед устьем сопла зону смешения. 2 з.п. ф-лы, 3 ил.

Изобретение относится к реакторам для проведения процессов каталитического окисления ароматических соединений, в частности к реактору для каталитического жидкофазного окисления ксилолов и/или сложных эфиров толоилловой кислоты.

Цель изобретения - повышение селективности процесса и выхода целевого продукта.

На фиг. 1 схематически изображен предлагаемый реактор; на фиг. 2 и 3 - пригодные для использования в предлагаемом реакторе сопло с подачей двух компонентов при внутреннем смешивании, разрезы.

Предлагаемое устройство содержит реактор 1, верхняя часть корпуса которого снабжена трубопроводом 2 для подачи ксилолов и/или сложных эфиров

(19) SU (11) 1519526 A3

п-толоиловой кислоты, трубопроводом 3 для подачи катализатора и трубопроводом 4 для отвода газовой фазы, подключенным к конденсатору 5, снабженному трубопроводом 6 для отвода отходящих газов с расположенным в нем расширительным клапаном 7 и трубопроводом 8 для отвода конденсата. Трубопровод 8 подключен к разделителю 9 фаз, снабженному трубопроводом 10 для рециркуляции в реактор ароматической фазы и трубопроводом 11 для отвода водной фазы. В корпусе реактора 1 установлено по меньшей мере одно сопло 12, имеющее канал 13 для подачи отводимой из реактора через трубопровод 14 с установленным в нем насосом 15 жидкой фазы, содержащей катализатор, и канал 16 для подачи окислителя, подключенный к трубопроводу 17, а также зону 18 смешения. Сопло 12 может иметь выполненную, например, в качестве диффузора насадку 19, насаженную на устье 20. Устье 20 сопла 12 установлено в корпусе 1 на высоте от дна, соответствующей 0,02-0,5-кратной высоте корпуса.

Нижняя часть корпуса реактора 1 снабжена также трубопроводом 21 для отвода продукта окисления. Реактор имеет также выполненное в качестве теплообменника охлаждающее приспособление 22, установленное в байпасе 23, подключенном к напорной стороне и стороне всасывания насоса 15.

Реактор может иметь трубопровод для подачи инертной испаряющейся при температуре реакции жидкости, который подключают к каналу 13 или 16, или непосредственно к зоне 18 смешения.

Пример 1. В реакторе диаметром 300 мм подвергают окислению воздухом 13,5 кг п-ксилола (чистота 99,3 вес.%) и 31,5 кг получаемой при этерификации метанолом толоиловой кислоты смеси, содержащей 87 вес.% сложного метилового эфира толоиловой кислоты, в присутствии 150 вес ч/млн. кобальта и 13 вес. ч/млн. марганца, взятых в виде ацетатов. По достижении температуры 130°C в сопло в среднем подают 8,0 м³/ч воздуха в течении 4,1 ч при давлении в реакторе, равном 0,8 МПа и давлении в сопле 1,2 МПа.

В ходе реакции температуру повышают до 165°C. По достижении кислотного числа 197 прекращают окисление.

Температуру содержащей катализатор циркуляционной жидкой фазы снижают при помощи теплообменника на 4-10°C по сравнению с температурой в реакторе. Подаваемое общее количество воздуха составляет 32,7 м³. Постоянно измеряют отходящие газы, которые имеют следующий средний состав: об. %: двуокись углерода 1,45; 1,6 кислород; остальное 1,15. Из этого рассчитывают селективность 94,1%, т.е. на 1,85% больше, чем при проведении окисления в известном реакторе при том же кислотном числе, что подтверждается получаемым количеством целевого продукта. Выход на единицу объема и времени, определенный как коэффициент количества используемого воздуха, составляет в пересчете на реакционный объем 180 м³ воздуха/ч.м³. В известном реакторе это значение составляет в среднем 45 м³ воздуха/ч.м³.

Пример 2. Повторяют пример 1, но окисление проводят до достижения кислотного числа 189. При этом расход воздуха составляет 33,9 м³. Отходящий газ в среднем содержит 1,38 об. % двуокиси углерода, 3,0 об. % кислорода и 1,12 об. % остальных компонентов. Селективность составляет 93,5%, т.е. на 1,5 % больше, чем при проведении окисления в известном реакторе при одинаковом кислотном числе.

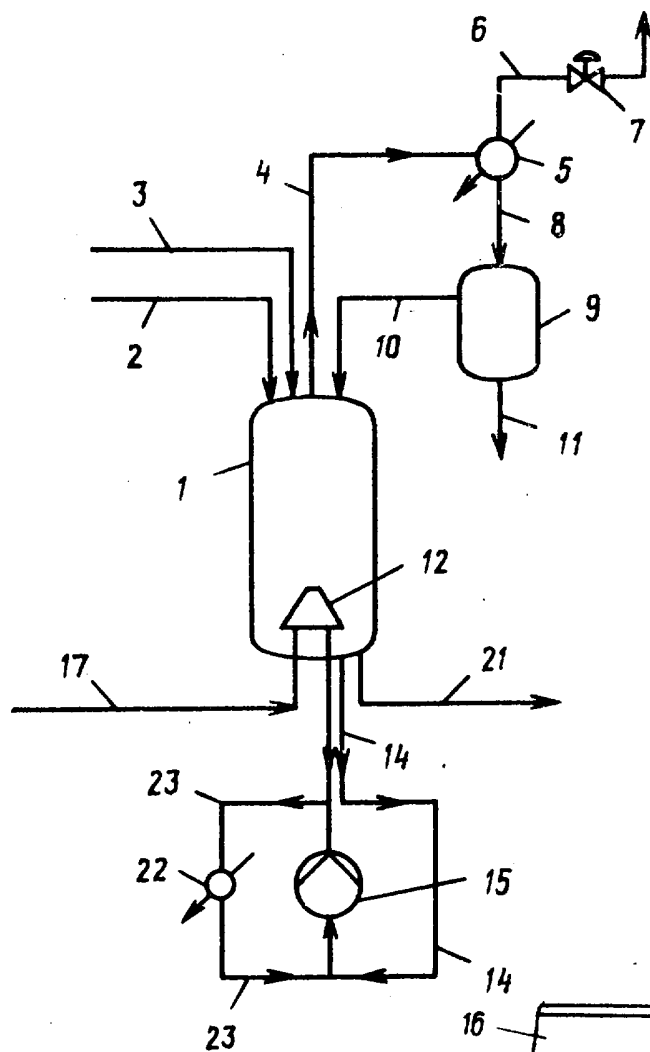
Ф о р м у л а и з о б р е т е н и я

1. Устройство для каталитического жидкофазного окисления ксилолов и/или сложных эфиров толоиловой кислоты, содержащее корпус, верхняя часть которого снабжена трубопроводами для подачи ксилолов и/или сложных эфиров толоиловой кислоты, катализатора и рециркулируемой жидкости и трубопроводами для отвода газовой фазы, а нижняя часть - трубопроводом для подачи окислителя, подключенным к установленному в корпусе распределителю, и трубопроводом для отвода продукта окисления, а также охлаждающим приспособлением, и днище, отличающееся тем, что, с целью повышения селективности процесса и выхода целевого продукта, нижняя часть корпуса снабжена трубопроводом для отвода содержащей катализатор жидкой фазы с установленным на нем насосом, выход ко-

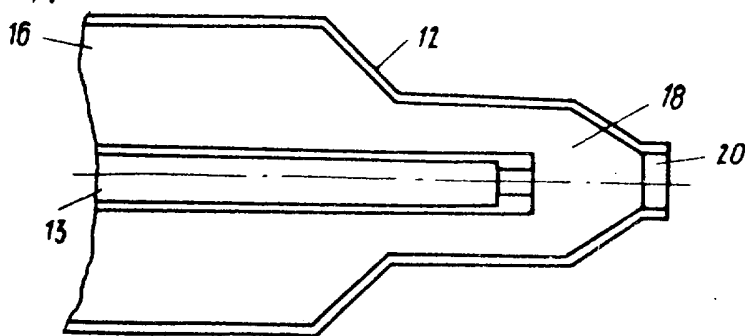
торого подсоединен к распределителю, выполненному в виде по меньшей мере одного сопла, включающего подводящие каналы и камеру смешения, устье которого расположено на расстоянии от днища 0,02-0,5-кратной высоты корпуса, а трубопровод для отвода содержащей катализатор жидкой фазы - охлаждающим приспособлением, при этом трубопровод для подачи окислителя и выход трубопровода для отвода содержащей катализатор жидкой фазы подключены к каналам сопла.

2. Устройство по п. 1, отличающееся тем, что охлаждающее приспособление имеет байпасную линию, вход которой подключен к напорной линии, а выход - к всасывающей линии насоса.

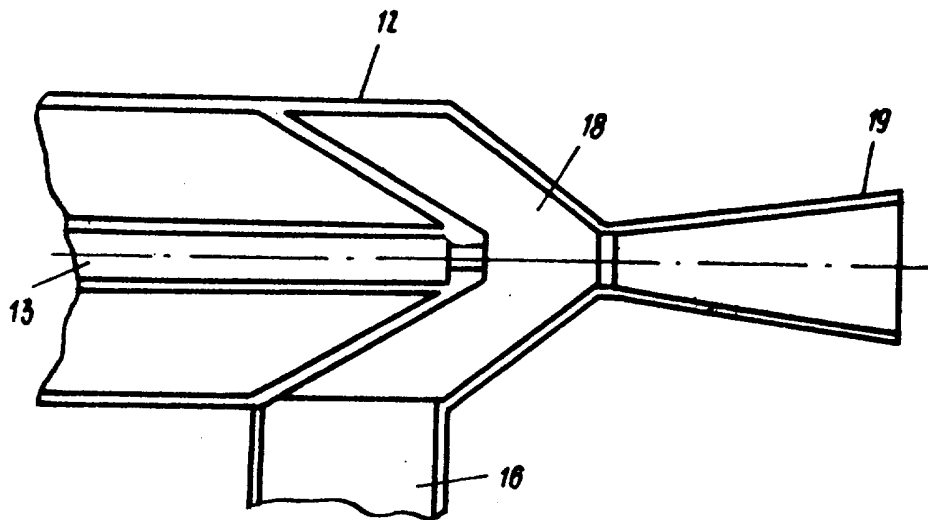
3. Устройство по пп. 1 и 2, отличающееся тем, что оно снабжено трубопроводом для подачи инертной испаряющейся жидкости, подключенным к камере смешения сопла.



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3

Составитель Н.Кацовская

Редактор М.Петрова

Техред М.Ходанич

Корректор Т.Колб

Заказ 6615/59

Тираж 486

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета по изобретениям и открытиям при ГКНТ СССР
113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Производственно-издательский комбинат "Патент", г. Ужгород, ул. Гагарина, 101