



(12) 发明专利

(10) 授权公告号 CN 101448738 B

(45) 授权公告日 2013. 03. 27

(21) 申请号 200780017261. 2

(22) 申请日 2007. 04. 30

(30) 优先权数据

11/433, 809 2006. 05. 12 US

(85) PCT申请进入国家阶段日

2008. 11. 12

(86) PCT申请的申请数据

PCT/EP2007/003813 2007. 04. 30

(87) PCT申请的公布数据

W02007/131623 EN 2007. 11. 22

(73) 专利权人 拜耳材料科技股份有限公司

地址 德国莱沃库森

专利权人 拜耳材料科学有限责任公司

(72) 发明人 E · F · 布恩斯特拉 J · M · 莱佩

R · M · 范德坎普 A · 希尔舍

K · 哈伦伯格

(74) 专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公

司 72001

代理人 刘锴 李连涛

(51) Int. Cl.

C01B 7/07(2006. 01)

(56) 对比文件

CN 1662443 A, 2005. 08. 31, 权利要求 3.

CN 1729169 A, 2006. 02. 01, 说明书第 11 页第 5 段至说明书第 12 页第 5 段.

US 6719957 B2, 2004. 04. 13, 权利要求 1-14.

CN 1234787 A, 1999. 11. 10, 权利要求 1-4.

US 4935220 A, 1990. 06. 19, 权利要求 1-5.

GB 2140014 A, 1984. 11. 21, 权利要求 1-6.

EP 1149861 B1, 2005. 06. 29, 权利要求 1-11.

审查员 李翔

权利要求书 2 页 说明书 6 页 附图 3 页

(54) 发明名称

用于无水氯化氢气体纯化的改进工艺

(57) 摘要

本发明涉及纯化无水氯化氢气体 (“aHCl”), 尤其是异氰酸酯制备工艺中再生的无水氯化氢气体的工艺。在本发明的工艺中, 氯化有机物的含量可以从最高 1000 体积 ppm 降低到 10 体积 ppb 水平。一般的, 本发明工艺使得氯化有机物水平降低到 1 到 100ppb, 使得处理的氯化氢气体可用于催化氧化工艺或迪肯工艺。处理的气体也适于吸收在水中或者稀释的氢氯酸中。

1. 一种从含氯化氢气体中除去沸点高于氯化氢的杂质的冷却和蒸馏工艺,包括:
 - a) 压缩所述含氯化氢气体,
 - b) 在第一热交换器中冷却所得压缩气体获得第一浓缩物流和第一气体流,其中所述压缩气体被冷却到足够低的温度以部分浓缩所述杂质并且在足够慢的速度下防止雾形成,
 - c) 把来自所述第一热交换器的所述第一气体流投料到具有顶部和底部的蒸馏塔的所述顶部和所述底部之间的位置上,以促使液体和气体之间的传质并由此在所述塔的底部浓缩杂质以及在所述塔的顶部浓缩氯化氢气体,
 - d) 把来自所述顶部的所述氯化氢气体投料到第二热交换器,在那氯化氢气体被部分浓缩,形成了第二浓缩物流和第二气体流,
 - e) 把所述第二浓缩物流投料到所述塔的所述顶部以向所述塔提供回流,
 - f) 把所述第一浓缩物流投料到所述蒸馏塔的低于所述第一气体流投料点的位置上,
 - g) 把来自步骤 d) 的所述第二气体流投料到所述第一热交换器作为冷却介质,
 - h) 从所述第一热交换器再生纯化的氯化氢气体,以及
 - i) 把来自所述塔的底部的所述杂质投料到收集容器。
2. 权利要求 1 的工艺,其中包含于气体流中的杂质是氯化芳香化合物。
3. 权利要求 2 的工艺,其中气体流也包含具有介于氯化氢沸点和氯化芳香化合物沸点之间的中间沸点范围的杂质。
4. 权利要求 3 的工艺,其中所述杂质是光气并且被从所述蒸馏塔除去。
5. 权利要求 1 的工艺,其中在所述第一热交换器中,压缩气体的温度被降低到 +10 到 -25°C 的温度。
6. 权利要求 1 的工艺,其中在步骤 a), 气体被压缩到 5-30 巴的绝对压力。
7. 权利要求 1 的工艺,其中步骤 f) 包括:
 - f1) 把第一浓缩物投料到一个或多个分离容器中来捕捉固体,其中形成了固体流和溢出浓缩物流,
 - f2) 把所述溢出浓缩物流投料到所述蒸馏塔中低于第一气体流投料点的位置上。
8. 权利要求 1 的工艺,其中步骤 e) 包括:
 - e1) 把所述第二浓缩物流投料到用来捕捉存在的任何固体的一个或多个分离容器中,以形成固体流和第三浓缩物流。
 - e2) 把所述第三浓缩物流投料到所述塔的所述顶部以向所述塔提供回流。
9. 权利要求 1 的工艺,其中步骤 i) 包括:
 - i1) 把来自所述塔的底部的液体投料到再沸器以给该塔底部产生气提蒸汽,其中该再沸器在 500BTU/hr/ft² 至 30000BTU/hr/ft² 的低加热通量下加热所述液体以防止发泡行为,以及
 - i2) 从再沸器除去任何残余液体转移到收集容器处置。
10. 权利要求 9 的工艺,其中从再沸器除去的一部分液体包含氯化氢和杂质,将其喷射入要投料到第一热交换器的气体流中。
11. 权利要求 9 的工艺,其中投料到所述再沸器的 5-95 重量%的上述液体被蒸发。
12. 权利要求 1 的工艺,其中用活化木炭处理来进一步纯化来自第一热交换器的纯化的氯化氢气体。

13. 一种从含氯化氢气体中除去沸点高于氯化氢的杂质的冷却和蒸馏工艺,包括:

a) 压缩所述含氯化氢气体,

b) 在第一热交换器中冷却所得压缩气体获得第一浓缩物流和第一气体流,

其中所述压缩气体被冷却到足够低的温度以部分浓缩所述杂质并且在足够慢的速度下防止雾形成,

c) 把来自所述第一热交换器的所述第一气体流投料到具有顶部和底部的蒸馏塔的所述顶部和所述底部之间的位置上,以促使液体和气体之间的传质并由此在所述塔的底部浓缩杂质以及在所述塔的顶部浓缩氯化氢气体,

d) 把来自所述顶部的所述氯化氢气体投料到第三热交换器闪蒸器的一侧并且把来自所述塔的底部的所述杂质投料到所述第三热交换器的另一侧以再次闪蒸并冷却通过所述第三热交换器的氯化氢气体,在那形成下面的物流:

1) 包含杂质的第二气体流,

2) 杂质流

3) 第三冷却气体流,以及

4) 第二浓缩物流,

e) 把所述第三冷却气体流投料到第二热交换器,在那氯化氢气体被部分浓缩形成第三浓缩物流和第四气体流,

f) 结合所述第二浓缩物流和所述第三浓缩物流并把所得结合物流投料到所述塔的所述顶部以向所述塔提供回流,

g) 把所述第一浓缩物流投料到所述蒸馏塔中低于所述第一气体流投料点的位置上,

h) 把来自步骤 e) 的所述第四气体流投料到所述第一热交换器作为冷却介质,以及

i) 从所述第一热交换器再生纯化的氯化氢气体。

用于无水氯化氢气体纯化的改进工艺

[0001] 发明背景

[0002] 本发明涉及纯化无水氯化氢气体 (“aHCl”), 尤其是异氰酸酯制备工艺中再生的无水氯化氢气体的工艺。在本发明的工艺中, 氯化有机物的含量可以从最高 1000 体积 ppm 降低到 10 体积 ppb 水平。一般的, 本发明工艺使得氯化有机物水平降低到 1 到 100ppb, 使得处理的氯化氢气体可用于催化氧氯化工艺或迪肯工艺。处理的气体也适于吸收在水中或者稀释的氢氯酸中。

[0003] 许多重要的化学工艺产生 aHCl 作为副产物。这样的工艺的例子包括氯化工艺、硅烷制备工艺和光气化工艺。由于大量的 aHCl 不能被除掉, 因此这些工艺每个都遇到的挑战是纯化产生的 aHCl 以获得可用的工业产物或用于别的工艺的原材料。已经提出了数个工艺纯化制备工艺中产生的 aHCl。在直到 800-1600°C 的温度下 aHCl 的热处理公开于美国专利第 5, 126, 119 号中。加压下全浓缩和蒸馏公开于美国专利第 4, 935, 220 号中。这些专利公开的工艺需要很高量的能量和昂贵的设备。

[0004] 在 5-20 巴的绝对压力和低于 -20°C 的终端温度下的 aHCl 的热处理公开于美国专利第 6, 719, 957 号中。公开于 '957 专利中的工艺导致杂质水平有时候用于氯乙烯制备是不可接受的。所得杂质水平通常不可用于迪肯工艺。

[0005] 在制备诸如 TDI (甲苯二异氰酸酯)、MDI (二苯甲烷二异氰酸酯) 和 HDI (环己基二异氰酸酯) 的异氰酸酯的商业光气化工艺中, 获得每摩尔异氰酸酯, 形成两摩尔 aHCl。这种大量的副产物必须用于二级工艺。

[0006] 一个这样的二级工艺是盐酸的制备。然而, 所得 HCl 副产物的量经常超出市场需要。另一个可选方案是把 aHCl 与乙烯用于催化氧氯化工艺以制备乙烯氯化物以及最终作为商业产物的氯乙烯。该催化工艺对能钝化所用催化剂的痕量的有机化合物, 特别是 (氯-) 芳香化合物特别敏感。

[0007] 另一个二级工艺是迪肯工艺, 它通过把气化 HCl 和氧经过转化金属催化剂制备氯和水。该工艺对痕量的一些杂质很敏感, 例如硫磺和一些有机化合物, 随着时间推移它们能导致催化剂钝化和 / 或反应器堵塞, 这反过来导致不希望的副产物形成。

[0008] 异氰酸酯制备中最常用的溶剂是氯苯和二氯苯 (见 G. Oertel, 聚氨酯手册, 66 页 (Carl Hanser Verlag, Munich(1985)))。从光气化工艺再生的 aHCl 被这些氯芳香化合物饱和。aHCl 气体的深度冷却能降低氯芳香化合物含量, 但是没达到必需的水平。另一个复杂因素是二氯苯的高熔点 (o- 异构体: -17.5°C, p- 异构体: +52.8°C), 这限制了该方法的可用性。诸如那些 G. Oertel, 聚氨酯手册, 66 页 (Carl Hanser Verlag, Munich(1985)) 中描述的低压光气化工艺, 它们在从大气压到低于 5 巴的压力范围产生 aHCl 气体, 甚至用深度冷却也会包含从几百 ppm 到 1000ppm 浓度的氯芳香化合物。

[0009] 本发明有几个目的: i) 从氯化氢气体除去一种或多种杂质的工艺, ii) 从大量无水 HCl 气体分离诸如 (氯-) 芳香化合物的小量高沸点原料的工艺; 以及 iii) 把无水 HCl 气体中诸如 (氯-) 芳香化合物的杂质含量降低到 <100ppb 的工艺。

[0010] 附图简要说明

[0011] 图 1 示意性的阐释了本发明的流程图。

[0012] 图 2 示意性的阐释了本发明的第二个实施方式。

[0013] 图 3 示意性的阐释了本发明的优选实施方式。

[0014] 发明详述

[0015] 本发明广泛的涉及冷却和蒸馏工艺,以从含氯化氢气体中除去沸点高于氯化氢的杂质,包括:

[0016] a) 压缩所述含氯化氢气体,

[0017] b) 在第一热交换器中冷却所述压缩气体获得第一浓缩物流和第一气体流,其中所述压缩气体被冷却到足够低的温度以部分浓缩所述杂质并且在足够慢的速度下防止雾形成,

[0018] c) 把来自所述第一热交换器的所述第一气体流投料到具有顶部和底部的蒸馏塔的所述顶部和所述底部之间的位置上,以促使液体和气体之间的传质并由此在所述塔的底部浓缩杂质以及在所述塔的顶部浓缩氯化氢气体,

[0019] d) 把来自所述顶部的所述氯化氢气体投料到第二热交换器,在那氯化氢气体被部分浓缩,形成了第二浓缩物流和第二气体流,

[0020] e) 把所述第二浓缩物流投料到所述塔的所述顶部以向所述塔提供回流,

[0021] f) 把所述第一浓缩物流投料到所述蒸馏塔的低于所述第一气体流投料点的位置上,

[0022] g) 把来自步骤 d) 的所述第二气体流投料到所述第一热交换器作为冷却介质,

[0023] h) 从所述第一热交换器再生纯化的氯化氢气体,以及

[0024] i) 把来自所述塔的底部的所述杂质投料到收集容器。

[0025] 在压缩步骤(步骤 a)),气体适宜的压缩到 5-30 巴的绝对压力。

[0026] 包含于气体流中的杂质适宜的是氯化芳香化合物。在一个优选实施方式中,气体流也包含中间沸点范围在氯化氢沸点和氯化芳香化合物沸点之间的杂质。该中间杂质被从蒸馏塔中除去,随后被减压,然后被释放。在一个特别优选的实施方式中,该中间杂质是光气。

[0027] 在冷却步骤(步骤 b)),进入的杂质化气体被慢慢冷却。第一热交换器的冷却壁和入口气体温度之间的温差适宜在 0.5 和 40℃ 之间,以及最适宜在 5-25℃ 的范围。在冷却步骤(步骤 b))中压缩气体的温度适宜的降低到 +10 到 -25℃ 的温度。

[0028] 在本发明的一个实施方式中,在步骤 f),浓缩物流(步骤 b 的)被投料到用来捕捉固体的分离容器(或多个容器)中。如果采用了多个容器,一个容器可用来收集固体,一边来自该容器的溢出浓缩物被投料到蒸馏塔中低于第一气体流投料点位置上,一边别的容器被减压以能使收集的固体被排出为废物。

[0029] 在另一个优选实施方式中,步骤 e) 包括:

[0030] e1) 把所述第二浓缩物流投料到用来捕捉存在的任何固体的一个或多个分离容器中,以形成固体流和第三浓缩物流。

[0031] e2) 把所述第三浓缩物流投料到所述塔的所述顶部以向所述塔提供回流。

[0032] 收集在固体流中的固体可以被排出为废物。

[0033] 在另一个优选实施方式中,步骤 i) 包括:i1) 把来自所述塔的底部的液体投料到

再沸器以给该塔底部产生气提蒸汽,其中该再沸器在低加热通量下加热所述液体以防止发泡行为,以及 i2) 从再沸器除去任何残余液体转移到收集容器处置。适宜的,5% -95%的到达再沸器的液体被蒸发。最适宜的,再沸器设计防止泡沫形成并且具有 500-20,000BTU/hr/ft² 的热通量作为低限和 3,000-30,000BTU/hr/ft² 作为高限。在任何甚至更优选的实施方式中,从再沸器转移的一部分液体包含氯化氢和杂质,把它喷射入要投料到第一热交换器的气体流中,最适宜的量进入的气体流的重量的 1-25 重量%。

[0034] 在蒸馏步骤,要投料入蒸馏塔中的气体的温度适宜降低到 0 到 -35℃ 的温度。

[0035] 在另一个优选实施方式中,通过用活化木炭处理来进一步纯化来自第一热交换器的纯化的氯化氢气体。

[0036] 在另一个主要实施方式中,本发明包括:

[0037] a) 压缩所述含氯化氢气体,

[0038] b) 在第一热交换器中冷却所得压缩气体获得第一浓缩物流和第一气体流,其中所述压缩气体被冷却到足够低的温度以部分浓缩所述杂质并且在足够慢的速度下防止雾形成。

[0039] c) 把来自所述第一热交换器的所述第一气体流投料到具有顶部和底部的蒸馏塔的所述顶部和所述底部之间的位置上,以促使液体和气体之间的传质并由此在所述塔的底部浓缩杂质以及在所述塔的顶部浓缩氯化氢气体,

[0040] d) 把来自所述顶部的所述氯化氢气体投料到第三热交换器的一侧并且把来自所述塔的底部的所述杂质投料到所述第三热交换器的另一侧以再次闪蒸并冷却通过所述第三热交换器的氯化氢气体,在那形成下面的物流:

[0041] 1) 含杂质的第二气体流,

[0042] 2) 杂质流

[0043] 3) 第三冷却气体流,以及

[0044] 4) 第二浓缩物流,

[0045] e) 把所述第三气体流投料到第二热交换器,在那氯化氢气体被部分浓缩形成第三浓缩物流和第四气体流,

[0046] f) 结合所述第二浓缩物流和所述第三浓缩物流并把所得结合物流投料到所述塔的所述顶部以向所述塔提供回流,

[0047] g) 把所述第一浓缩物流投料到所述蒸馏塔中低于所述第一气体流投料点的位置上,

[0048] h) 把来自步骤 d) 的所述第四气体流投料到所述第一热交换器作为冷却介质,以及

[0049] i) 从所述第一热交换器再生纯化的氯化氢气体。

[0050] 此外,上述的任何各种优选的参数和实施方式可以用于该第二主要实施方式。例如,在步骤 g),浓缩物流(步骤 b 的)可以被投料到用来捕捉固体的分离容器(或多个容器)中。如果采用了多个容器,一个容器可用来收集固体,一边来自该容器的溢出浓缩物被投料到蒸馏塔中低于第一气体流投料点位置上,一边别的容器被减压以能使收集的固体被排出为废物。另外,步骤 f) 可以包括:

[0051] f1) 结合所述第二浓缩物流和所述第三浓缩物流,

[0052] f2) 把结合的浓缩物流投料到用来捕捉存在的任何固体的一个或多个分离容器中,以形成固体流和第四浓缩物流,以及

[0053] f3) 把所述第四浓缩物流投料到所述塔的所述顶部以向所述塔提供回流。

[0054] 收集在固体流中的固体可以被排出为废物。类似的,该塔可以设置有再沸器,伴随着来自再沸器的液体被投料到闪换热器。来自再沸器的包含氯化氢和杂质的一部分液体可以被喷射入要投料到第一热交换器的气体流中。

[0055] 通过依照本发明,通过控制进入气体的冷却速度,以及通过采用浓缩物喷射以促进更均匀的冷却,避免了雾(或气雾)形成。

[0056] 本发明提供了通过采用改性冷却和蒸馏工艺来纯化有杂质的氯化氢物流的改进方法。在纯化的气体中,诸如氯化芳烃的小量的高沸点杂质可以被除去降低到 10ppb 的浓度。尤其的,这个工艺很适合纯化异氰酸酯制备工艺产生的副产物,该制备工艺共生有异氰酸酯、大量的带有杂质的无水氯化氢气体,杂质包括单氯苯和二氯苯(邻位、间位和对位异构体)。

[0057] 参照附图现在进一步的描述本发明的工艺。附图中的数字和字母指的是同样的设备和物流。

[0058] 如图 1 所示,含杂质的氯化氢气体(显示为物流 A)进入压缩机 1,离开压缩机并进入第一热交换器 2。当它通过第一热交换器时,压缩气体被冷却到足够低的温度以部分浓缩杂质并且在足够慢的速度下防止雾形成。两个物流流自该第一热交换器,第一浓缩物流 C 和第一气体流 B。第一气体流 B 被投料到蒸馏塔 3 中塔的顶部和底部之间的位置上。在蒸馏塔中,发生液体和气体之间的传质,伴随着杂质在塔的底部被浓缩以及氯化氢气体在塔的较低部分被浓缩。氯化氢气体(物流 D)从塔的顶部被投料到第二热交换器 4(经由图中所示的按照箭头进入交换器的一侧和逸出另一侧的物流该交换器设置有适当的冷却剂),其中气体被部分浓缩形成和第二气体流 F。第二浓缩物流 E 回流到上述塔的顶部以给该塔提供回流。第一浓缩物流 C 被投料到塔的低于第一气体流 B 投料点的位置上。第二气体流 F 回流到第一热交换器作为冷却介质。通过来自第一热交换器的物流 G 再生了纯化的氯化氢气体,上述塔的液体底部(其包含浓缩的杂质)经由物流 H 被投料到收集容器(未显示)用于后续处理。

[0059] 图 2 中的构造类似于图 1 中的,带有显示的几个附加改进。图 2 在好像采用了所有改进的情况下阐释了该工艺。当然,技术人员会意识到并非所有改进都是必须采用的。如所显示的,入口气体流 A 进入进入压缩机 1,离开压缩机并进入第一热交换器 2。当它通过第一热交换器时,压缩气体被冷却到足够低的温度以部分浓缩杂质并且在足够慢的速度下防止雾形成。两个物流流自该第一热交换器,第一浓缩物流 C 和第一气体流 B。第一气体流 B 被投料到蒸馏塔 3 中塔的顶部和底部之间的位置上。在蒸馏塔中,发生液体和气体之间的传质,伴随着杂质在塔的底部被浓缩以及氯化氢气体在塔的较低部分被浓缩。来自第一热交换器的浓缩物(物流 C')流入固体捕捉容器 5。如果采用了超过一个容器,它们可以相互交换使用。在分离容器中,获得两个物流,能被收集和排放为废物的固体流 C"和第三浓缩物流 C。第三浓缩物流(没有固体)C 作为液体投料被投料到蒸馏塔中低于第一气体流投料点的位置上。

[0060] 来自塔的顶部的浓缩氯化氢气体经由物流 D 被投料到第三热交换器 9。可以把来

自蒸馏塔的底部物流 H 分成包含浓缩量的杂质的两个物流, H' 和 H"。H" 物流可以经由泵 10 被抽回 HCl 气体进入第一热交换器的入口。可以把 H' 物流与进入第三热交换器的浓缩氯化氢气体闪交换。这个步骤可以获得几个物流 -i) 包含氯化氢的气体流 J (在较低的压力) 以及, 在起始气体来自异氰酸酯生产设备的情况下, 光气 (这个物流可以收集并再用于另一个合适的工艺), ii) 主要包含有机杂质 (其随后被收集和处理) 的物流 J', iii) 要被投料到第二热交换器的气体流 D' 以及 iv) 浓缩物流 E"。可以把物流 E" 与第二浓缩物流 E 结合并将其投料到上述塔的顶部以向该塔提供回流。可选的, 可以把物流 E" 与第二浓缩物流 E 结合并将其投料到收集容器 6 中, 在那固体被收集并通过物流 E'" 释放, 伴随着来自收集容器的溢出浓缩物经由物流 E' 被投料回上述塔 3 的顶部以向该塔提供回流。第二气体流 F 作为冷却介质被投料回第一热交换器。

[0061] 图 2 也显示了来自蒸馏塔的侧面抽取物流 I 以除去中间沸点杂质。可以把这个物流投料到活化木炭床 8 上以除去有机物, 获得要被处理的物流 I'。

[0062] 图 2 也显示了被投料到活化木炭床 7 上的纯化的气体流 G, 获得氯化氢气体的物流 G'。

[0063] 除了蒸馏塔的底部液体经由物流 H 被投料到再沸器 11 (经由图中所示的按照箭头进入交换器的一侧和逸出另一侧的物流该再沸器设置有适当的冷却剂) 以产生气提蒸汽, 它经由物流 K 被投料到上述塔的底部。该再沸器在低热通量下加热底部液体以防止发泡行为。来自再沸器的浓缩物流 H'" 可以被或者收集并释放, 或者可以被送到第三热交换器 (物流 H') 或被送回第一热交换器的入口。

[0064] 压缩机 A 可以是任何类型的能把压力增加到绝对压力大约 5-30 巴以及优选绝对压力高于 12 巴的设备。优选的压缩机包括活塞式压缩机、螺杆式压缩机, 可选的用油注射, 以及离心式压缩机。必须调整气体的最终压力以克服在整个系统中的压力下降。

[0065] 一旦被压缩, 气体进入第一热交换器, 在这气体浓缩物以该进入气体总量的 5-25 重量% 的量与该进入气体喷射混合。来自该第一热交换器的一些浓缩物可以流入固体收集容器 (或多个容器) 以捕捉固体。来自这个 (些) 收集容器的液体浓缩物溢流并被投料到蒸馏塔。

[0066] 用于本发明的热交换器可以是任何类型的。优选薄片和管式热交换器。

[0067] 来自异氰酸酯设备包含单氯苯、二氯苯以及氯甲烷类杂质的 HCl 分离气适宜作为起始气体。该气体被压缩到 8-20 巴, 优选 12 巴的压力。把所得压缩气体投料到第一热交换器以冷却到 -5 到 -20°C 之间, 优选 -10°C, 这样来部分浓缩杂质。浓缩的杂质适宜首先通过固体收集容器以除去任何固体, 然后作为液体投料被投料到蒸馏塔。来自第一热交换器的气体流作为气体投料被投料到蒸馏塔。来自蒸馏塔的上头的蒸汽经过第二热交换器并被冷却到 -18 和 -30°C 之间 (优选 -25°C), 这样来部分浓缩 0.01 和 25% 之间, 优选 2 和 5% 之间的入口蒸汽以向该蒸馏塔提供液体回流。来自第二热交换器的纯化的 HCl 气体被抽回到入口气体流中, 象喷射那样被注射以促进入口气体中的浓缩并防止气雾或雾的形成。该部分气体现在具有 0.1 到 100, 以及适宜的 1 到 10ppm 的有机杂质浓度。

[0068] 然后可以把部分纯化的 HCl 气体投料到木炭吸附塔中来最终纯化以达到从 10 到 1000ppb, 适宜的从 50 到 100ppb 的最终有机杂质水平。

[0069] 蒸馏塔的底部物流包含绝大部分杂质, 使其闪到 1 巴和 10 巴之间, 优选 1.05 巴的

较低压力,在这个压力下大量残余 HCl 闪蒸走,然后将其留给吸附步骤或成为废物。残余的渣滓,包含绝大部分杂质,被留给焚化或别的废物处理。底部物流闪蒸的冷却效果有助于冷却离开该塔顶部的蒸汽。

[0070] 如果期望的话,可以设置再沸器(适宜在 -10 和 $+8^{\circ}\text{C}$ 之间操作)把大部分浓缩的 HCl 以蒸汽返回上述塔作为气提气体。再沸器的设计适宜采用 1000 和 12000BTU/hr/ft^2 之间以及优选 2500 和 4000BTU/hr/ft^2 之间的热通量。

[0071] 虽然为了说明的目的前面详细的描述了本发明,但是应当知道这种细节仅仅为了上述目的,在不脱离本发明精神和范围的情况下可以对其进行各种变化,除非当它可以通过权利要求书进行限定。

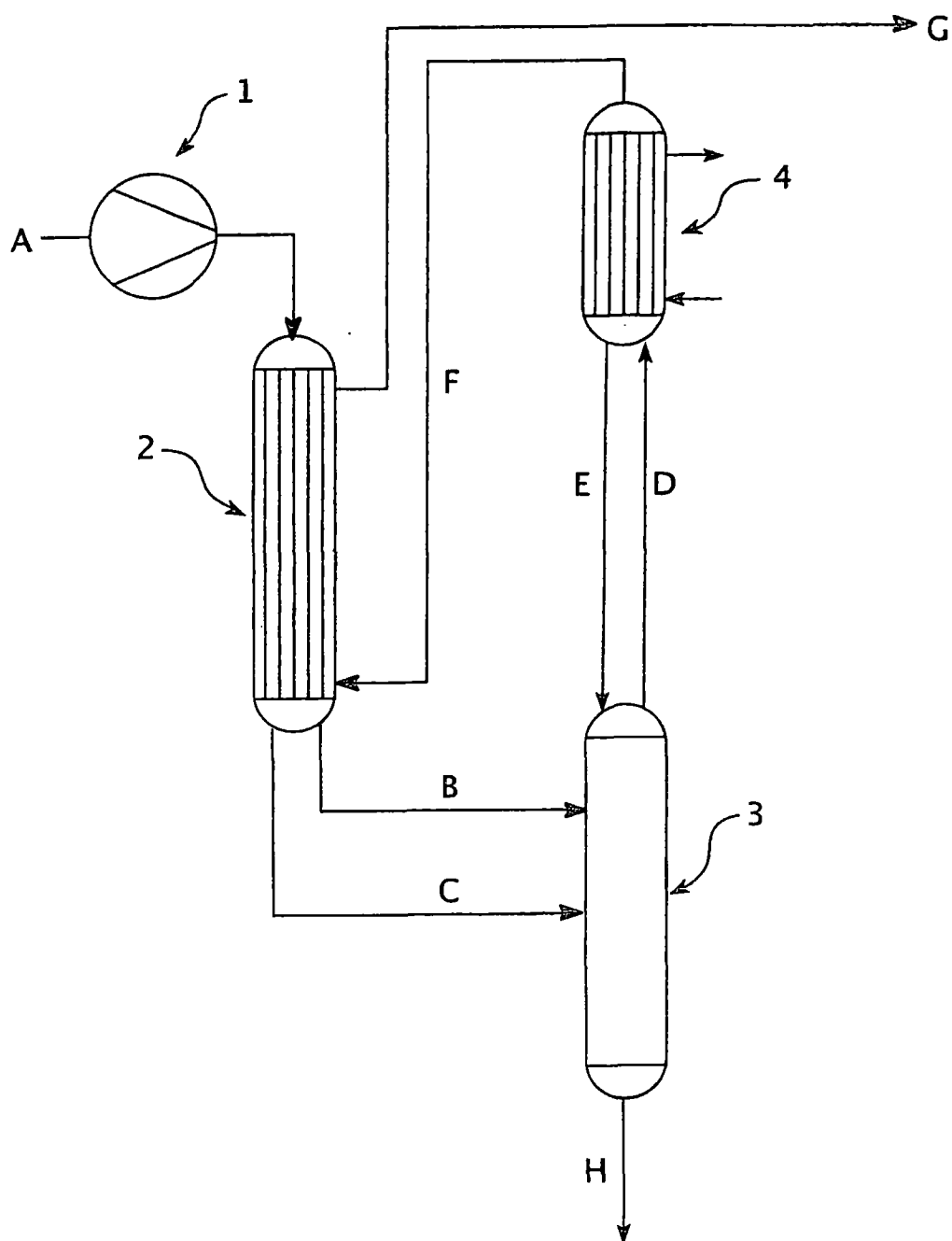


图 1

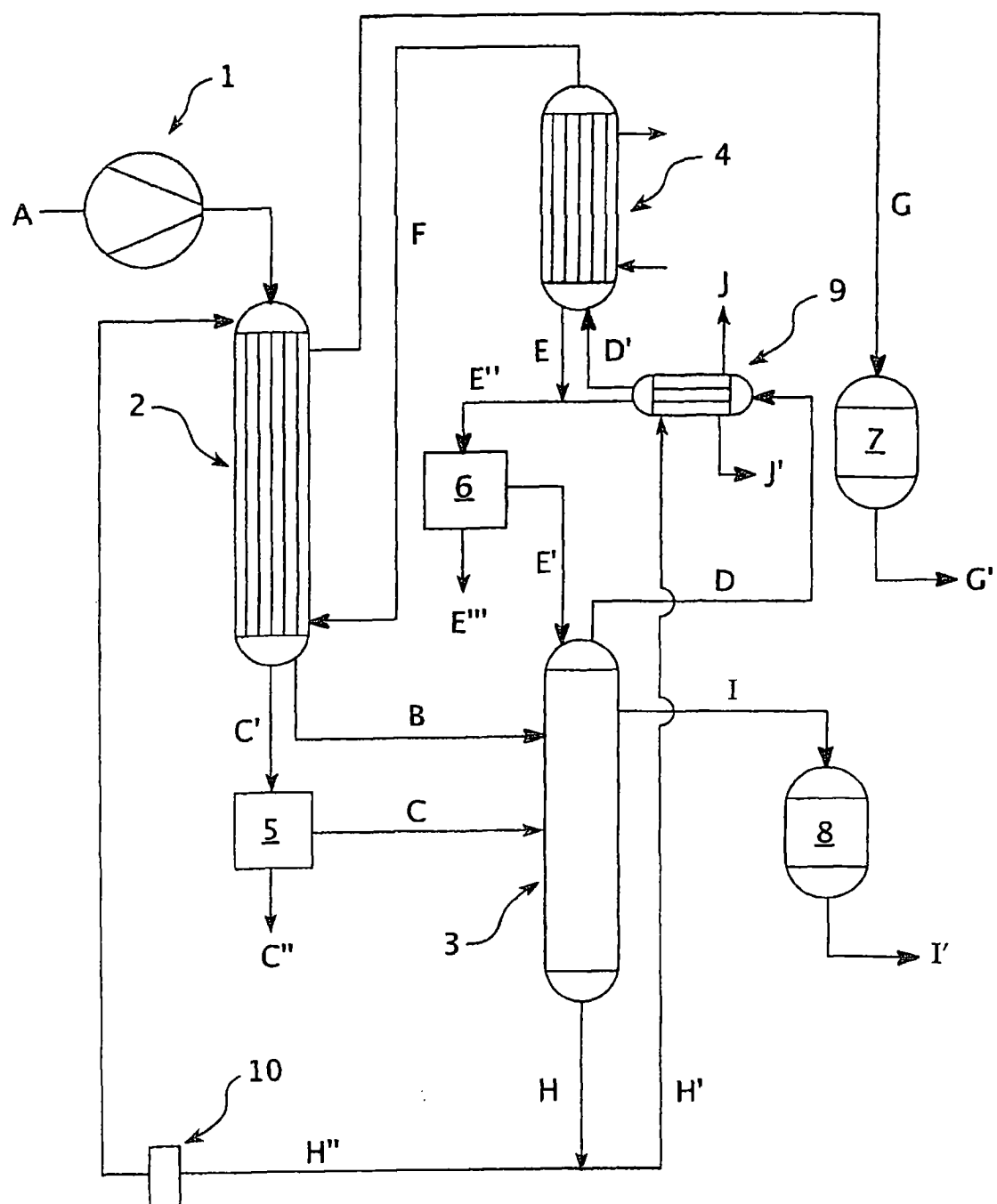


图 2

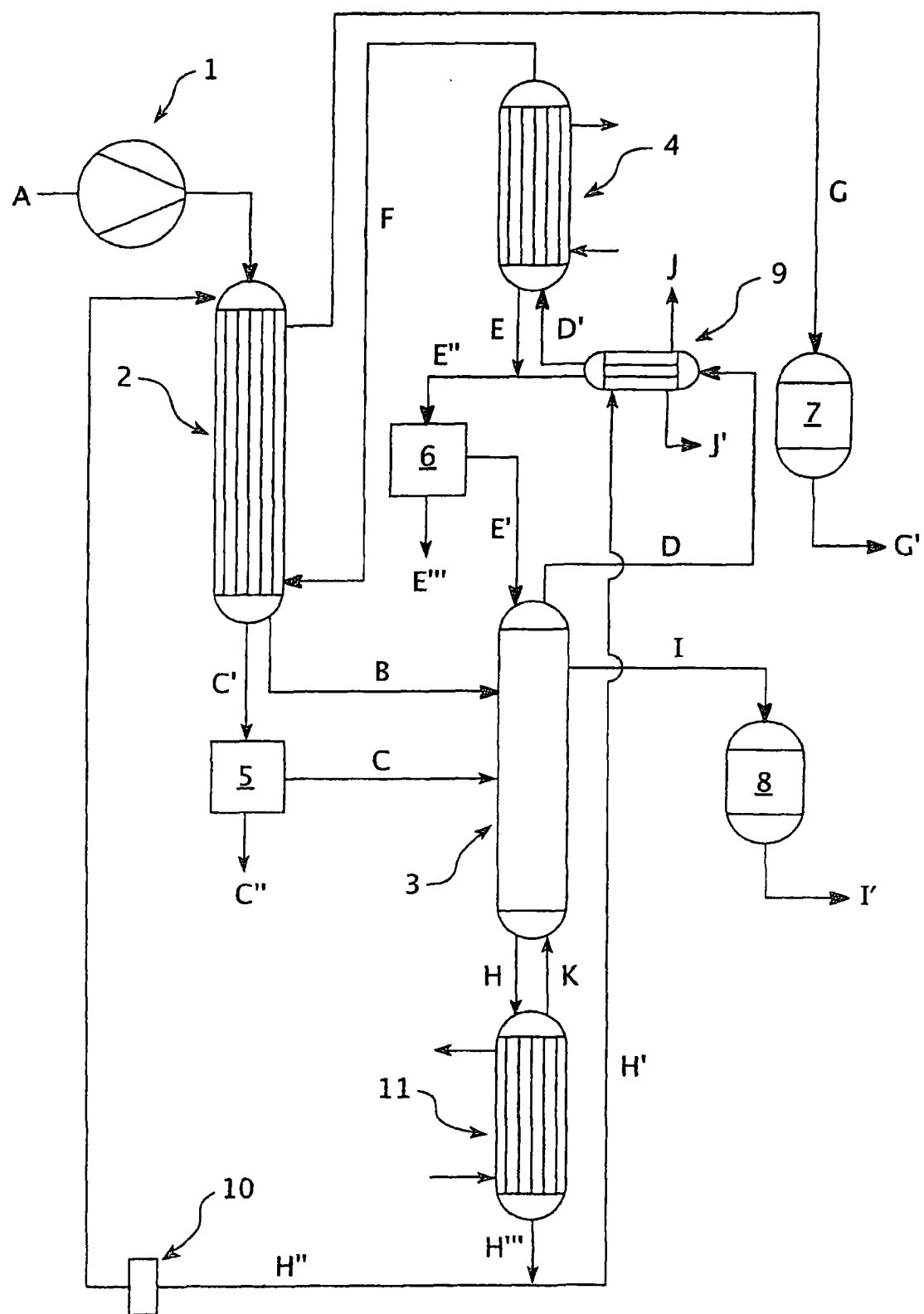


图 3