



Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 29. III. 1963 (P 101 170)

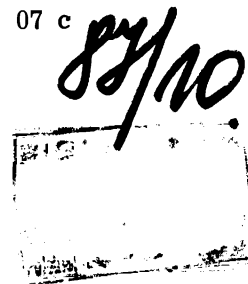
Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Opublikowano: 28.V.1965

Kl. 12q, 1/01

MKP C 07 c

UKD



Współtwórcy wynalazku: inż. Jan Kubica, dr Zbigniew Leszczyński, prof.  
Aleksander Pilc, mgr inż. Janusz Strzelecki  
Właściciel patentu: Instytut Chemii Ogólnej, Warszawa (Polska)

### Sposób wydzielania etylenoamin z surowych produktów procesu amonolizy chlorku etylenu

1

Wynalazek dotyczy wydzielania etylenoamin z surowych produktów otrzymanych w procesie amonolizy chlorku etylenu. Produkty te zawierają chlorowodorki etylenoamin, chlorek amonu, niezwiązany amoniak oraz, jeżeli proces jest prowadzony w środowisku wodnym, także wodę. W celu wydzielania wolnych etylenoamin surowy produkt neutralizuje się ługiem sodowym, w wyniku czego równocześnie powstają chlorek sodu i woda.

Wydzielanie wolnych etylenoamin z roztworu, zawierającego chlorek sodu jest operacją bardzo trudną ze względu na wydzielanie się w toku tej operacji fazy stałej.

Całkowite wydestylowanie etylenoamin bezpośrednio z brei chlorku sodu jest operacją kłopotliwą, prowadzącą często do znacznych strat etylenoamin na chlorku w pozostałości kubowej lub na skutek rozkładu w wyniku przegrzewania powierzchni grzejnych destylatora. Tym warunkom prowadzenia procesu towarzyszy silna korozja tworzyw konstrukcyjnych.

W opisie patentowym Niemieckiej Republiki Demokratycznej nr 12039 podany jest sposób wydzielania etylenoamin z surowego produktu na drodze ekstrakcji za pomocą aminy, np. izo- lub n-butyloaminy. Jest on jednak niedogodny, ponieważ do układu wprowadza się obcą aminę, która wymaga następnie wydzielania z ekstraktu na drodze kosztownej rektyfikacji. Ponadto traci się część użytej do ekstrakcji aminy wraz z produktami od-

2

padkowymi jak też z gotowym produktem, w którym jest ona niepożądanym zanieczyszczeniem.

Sposób wydzielania etylenoamin będący przedmiotem wynalazku jest wolny od tych wad. Polega on na ekstrakcji zawartych w surowym produkcie etylenoamin i wody, oraz ewentualnie amoniaku, za pomocą wysolonej roztworem ługu sodowego mieszaniny wyższych polietylenopoliamin stanowiącej jeden ze składników surowego produktu amonolizy chlorku etylenu. Jest to możliwe na skutek istnienia różnicy rozpuszczalności poszczególnych etylenoamin w roztworze ługu sodowego oraz zdolności ekstrakcyjnych mieszaniny wyższych polietylenopoliamin w stosunku do niższych ich homologów.

Stężenie ługu sodowego, w obecności którego odbywa się ekstrakcja, może być odpowiednio niższe od wymaganego dla wysolenia etylenoamin bez stosowania polietylenopoliamin.

Ekstrakt, zawierający poza etylenoaminami wodę i ewentualnie amoniak oraz nieznaczne ilości ługu sodowego i chlorku sodu poddaje się odparowaniu w takich warunkach, w których odparowuje cała ilość etylenoamin, wody i amoniaku zawarta w surowym produkcie. Pozostałość po destylacji będąca głównie mieszaniną wyższych polietylenopoliamin zawracana jest do ponownej ekstrakcji.

Skład (znajdujących się w obiegu) wyższych polietylenopoliamin stosowanych do ekstrakcji ustala się samorzutnie w trakcie prowadzenia procesu.

Zawarty w surowym produkcie chlorek sodu zbiera się w postaci krystalicznej w wodnym roztworze ługu sodowego, z którego jest odfiltrowywany. Filtrat zawraca się do ekstraktora.

W przypadku gdy surowy produkt zawiera duże ilości wody i amoniaku celowe jest przed wprowadzeniem do ekstrakcji poddanie go wstępnemu odparowaniu (głównie odparowuje woda i amoniak) dzięki czemu, można znacznie zmniejszyć ilość wyższych polietylenopoliamin wymaganych w procesie ekstrakcji. Proces ekstrakcji może być prowadzony w sposób ciągły lub okresowy.

Przykład. Proces wydzielania etylenoamin z surowego produktu amonolizy przeprowadza się w aparatach według schematu przedstawionego na rysunku. Surowy produkt z procesu amonolizy chlorku etylenu po częściowym wydzieleniu amoniaku i neutralizacji ługiem sodowym wprowadza się w sposób ciągły do odparownika 1, gdzie odparowuje część wody i cały amoniak. Nieodparowana w temperaturze 108°C pozostałość, po oddzieleniu w separatorze 2, spływa do ekstraktora — krystalizatora 3, wypełnionego dwoma warstwami cieczy znajdującymi się w równowadze. Dolną warstwę stanowi 20—25%-owy wodny roztwór ługu sodowego nasycony chlorkiem sodu oraz zawierający około 0,6% etylenodwuaminy. Górna warstwa składa się z około 50%-owego wodnego roztworu mieszaniny wyższych polietylenopoliamin stanowiącej jeden ze składników produktu amonolizy, 3% etylenoaminy, około 1% NaOH i około 4% NaCl.

W ekstraktorze — krystalizatorze następuje ekstrakcja i przejście etylenoamin i wody z surowego produktu do warstwy wyższych polietylenopoliamin, natomiast chlorek sodu wydziela się w warstwie ługowej.

Ekstrakt poddaje się w sposób ciągły odparowaniu w temperaturze około 130°C w wyparce 4.

Opary z wyparki 1 i wyparki 4, zawierające parę wodną i pary etylenoamin poddaje się rektyfikacji w kolumnie 6, z której górą odchodzą pary wody i amoniaku, a u dołu zatężony roztwór wodny etylenoamin.

Odciek z wyparki 4 o temperaturze około 117°C, zawierający głównie wyższe polietylenopoliaminy (ekstrahent), zawraca się do ekstraktora — krystalizatora 3. Wykrystalizowany w warstwie ługowej chlorek sodu oddziela się od ługu na wirówce 5. Filtrat (ług sodowy), z ewentualnym popłuczem wodnym, o temperaturze około 80°C zawraca się do krystalizatora — ekstraktora 3. W krystalizatorze — ekstraktorze utrzymuje się temperatura około 105°C.

W celu umożliwienia odpowiedniego wzrostu kryształów soli, krystalizator posiada odpowiednią pojemność oraz wyposażony jest w wolnoobrotowe mieszadło.

Zamiast dwóch separatorów 2 można stosować jeden separator w postaci kolumnienki, w którym dodatkowo przechodzi do fazy gazowej pewna ilość etylenoamin.

#### Zastrzeżenie patentowe

Sposób wydzielania etylenoamin z surowych produktów procesu amonolizy chlorku etylenu polegający na ekstrakcji etylenoamin w obecności wodnych roztworów ługu sodowego za pomocą amin i następnie destylacji ekstraktu, **znamienny tym**, że etylenoaminy ekstrahuje się za pomocą wydalonej roztworem ługu sodowego mieszaniny polietylenopoliamin, stanowiącej jeden ze składników surowego produktu amonolizy chlorku etylenu, a otrzymany ekstrakt poddaje się destylacji, odbierając w destylacie etylenoaminy, wodę i ewentualnie amoniak i zawracając do ekstrakcji pozostałość po destylacji stanowiącą mieszaninę polietylenopoliamin.

