



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

201 299
(11) (B1)

(61)

(23) Výstavná priorita
(22) Prihlášené 20 07 78
(21) PV 4843 - 78

(51) Int. Cl. ³ C 07 C 45/82
C 07 C 103/127
// C 10 H 23/00

(40) Zverejnené 29 02 80
(45) Vydané 01 03 83

(75)
Autor vynálezu

VANKO MILAN ing. CSo., PRIEVIDZA
VANKO ANTON ing. CSo., PARTIZÁNSKE
PAULECH JOZEF ing., PRIEVIDZA

JAROŠEK KAROL ing., NOVÁKY
POGORIELOV KONŠTANTÍN ing. a
BENZÍR ŠTEFAN ing., PRIEVIDZA

(54) Spôsob regenerácie acetónu a dimetylformamidu a zariadenie na jeho prevádzanie

Vynález rieši spôsob regenerácie acetónu a dimetylformamidu z dimetylformamidu použitého pri delení plynov z vysoko-tepelnej pyrolýzy benzínu, bežne označovanej ako HTP proces a tiež zariadenie na jeho uskutočňovanie. Regenerácia prebieha tak, že nižšievrúce látky obohatené dimetylformamidom sa oddelujú najprv kontinuálnou rektifikáciou pri teplote pár pred kondenzáciou v rozmedzí 100 až 135 °C, potom sa z takto získaného kondenzátu diskontinuálnou rektifikáciou získa frakcia acetónu s maximálnym obsahom vody 2 % hmot. a zvyškový dimetylformamid s maximálnym obsahom vody 1 % hmot. sa vracia späť do kontinuálnej rektifikácie, dimetylformamid z kontinuálnej rektifikácie, obsahujúci vyššievrúce zložky, sa vedie späť do absorpčno-desorpčného okruhu, pričom 15 až 40 % hmot. z neho sa pred zavedením do tohoto okruhu podrobí kontinuálnemu destilačnému čisteniu.

Predmetom vynálezu je spôsob regenerácie acetónu a dimetylformamidu použitého pri de-
lení plynov z vysokotepelnej pyrolýzy benzínu, bežne emačovanej ako HTP proces.

Pri výrobe acetylénu a etylénu vysokotepelnou pyrolýzou benzínu vzniká okrem etylénu
a acetylénu aj mnoho ďalších plynných látok. Mnohé z nich sa ako nečistoty z veľkej časti
odstránia v procese ochladzovania prepierania pyrolýzneho plynu vodou, soľankou, ako aj
ťažkým a ľahkým benzínom. Hlavnými zložkami takto vyčisteného pyrolýzneho plynu sú obvyk-
le acetylén, etylén, kyslíčnik uhlíčitý, kyslíčnik uhoľnatý, metán a vodík. Potrebné
produkty, hlavne acetylén a etylén, sa získavajú v zložitom absorpčno-desorpčnom systéme
a nízkotepelnou kondenzáciou a rektifikáciou.

V absorpčno-desorpčnom systéme sa ako selektívne absorpčné činidlá používajú acetón
a dimetylformamid. V acetóne sa najprv absorbujú acetylén a kyslíčnik uhlíčitý, čím sa
oddelia od ostatných zložiek pyrolýzneho plynu. Acetylén sa potom nízka absorpciou v di-
metylformamide.

Okrem acetylénu a kyslíčnika uhlíčitého prechádzajú do tzv. dimetylformamidového
prania aj ďalšie látky, ako acetón, voda, mies uhl'ovodíkov a malé množstvá kyslíčnikov
dusíka a sírnych zlúčenín, mnohé z týchto látok sa v pyrolýznom plyne nachádzajú iba
vo veľmi malých množstvách, ale pri nevhodnom spôsobe regenerácie dimetylformamidu sa
akumulujú v používanom dimetylformamide, a tak po istom, relatívne krátkom čase, majú
nepriaznivý vplyv na priebeh dimetylformamidového prania. Už vplyvom malého obsahu spo-
menutých látok v dimetylformamide sa zhoršuje účinnosť absorpcie, aparátúra rýchlo koro-
duje a najmä akumulované zložky zlúčenín síry predstavujú vážne nebezpečenstvo havárie
prevádzky v dôsledku ich pyroforického charakteru. Z týchto dôvodov i z dôvodu dosiahnu-
tia maximálnej efektívnosti výroby je dôležité postupovať tak, aby sa zabránilo akumulá-
cii nežiadúcich látok, ale pri najnižšej spotrebe absorpčných činidiel a energií.

Doteraz používaný spôsob regenerácie rektifikáciou časti dimetylformamidu kontinuál-
ne odoberaného z absorpčného okruhu nespĺňa kladené požiadavky aj napriek použitiu vyso-
koučinnnej rektifikačnej kolóny. Destilát odchádzajúci z hlavy rektifikačnej kolóny obsa-
huje okrem bezcennej vody aj veľmi cenný acetón a dimetylformamid, čím sa citelne zvyšú-
jú nielen spotrebné normy týchto látok, ale aj v čistení odpadných vôd vznikajú značné
problémy.

Nedostatky doterajšieho spôsobu regenerácie acetónu a dimetylformamidu použitého
pri vypieraní plynov z vysokotepelnej pyrolýzy benzínu v absorpčnom-desorpčnom okruhu,
obsahujúceho najmä acetón, vodu, ako aj ďalšie nečistoty, odstraňuje spôsob regenerácie
podľa tohoto vynálezu, pri ktorom sa nižšievrúce látky, obohatené dimetylformamidom,
oddeľujú najprv kontinuálnou rektifikáciou pri teplote pár pred kondenzáciou v roztoku
100 až 135 °C, s výhodou 104 až 116 °C, po čom z takto získaného kondenzátu sa diskon-
tinuálnou rektifikáciou nízka frakcia acetónu s maximálnym obsahom vody 2 % hmot.,
s výhodou 1 % hmot. a zvyškový dimetylformamid s maximálnym obsahom vody 1 % hmot. sa
vracia späť do kontinuálnej rektifikácie; dimetylformamid z kontinuálnej rektifikácie

201 299

obsahujúci vyššievrúce zložky sa vedie späť do absorpčno-desorpčného okruhu, pričom 15 až 40 % hmot. z neho, s výhodou 20 až 30 % hmot., sa pred zavedením do tohoto okruhu podrobí kontinuálnemu destilačnému čisteniu.

Spôsob regenerácie acetónu a dimetylformamidu rektifikáciou dimetylformamidu sa prevádza na zariadení pozostávajúcom z rektifikačných a destilačných aparátúr a pomocných zariadení, kde výstup dimetylformamidu z absorpčno-desorpčného okruhu je zapojený ako nástrek do kontinuálnej rektifikačnej kolóny, ktorá je navrohu napojená potrubím na diskontinuálne rektifikačné zariadenie pozostávajúce z rektifikačnej kolóny a varáka, ktorého spodok je potrubím prepojený s nástrekom dimetylformamidu, pritom spodok kontinuálnej rektifikačnej kolóny je jednak potrubím priamo a jednak technologiou odbočkou tvorenou z potrubí, kontinuálnej destilačnej aparatúry, pozostávajúcej z jednostupňovej destilačnej aparatúry, potrubia a kondenzátora napojený na absorpčno-desorpčný okruh.

Prekvapujúci účinok sa dosiahol rektifikáciou pri uvedených teplotách pár pred kondenzáciou, pri ktorých sa nižšievrúce zložky odstraňujú úplne kvantitatívne, napr. obsah acetónu v dimetylformamide poklesne na hodnotu menšiu ako 0,05 % hmot. Ďalší prekvapujúci účinok sa dosiahol v zrovnomenení chodu prevádzky. Chovanie sa týchto systémov nie je jednoznačne vysvetliteľné, pretože vlastnosti viaczložkových zmesí v oblastiach veľmi nízkych koncentrácií nie sú ani teoreticky, ani empiricky preštudované.

Prekvapujúco vysoká čistota dimetylformamidu v absorpčno-desorpčnom okruhu sa dosahuje na zariadení znázornenom na obrázku.

Dimetylformamid určený na regeneráciu sa privádza z absorpčno-desorpčného okruhu 17 a potrubím 1 spojeným s kontinuálnou rektifikačnou kolónou 2 sa vedie na kontinuálnu rektifikáciu spolu s dimetylformamidom, spravidla diskontinuálne privádzaným z varáka 7 rektifikačnej kolóny 8 potrubím 15 spojeným s kontinuálnou rektifikačnou kolónou 2, obvykle pomocou potrubia 1.

Z kontinuálnej rektifikačnej kolóny 2 sa cez potrubie 3 odoberá zmes dimetylformamidu a nižšievrúciach podielov, ktorá po kondenzácii v kondenzátore 4 sa sčasti vracia späť do kontinuálnej rektifikačnej kolóny 2 ako spätný tok refluxným potrubím 5 a sčasti potrubím 6 odvádzaný kondenzát sa spracováva v diskontinuálnom rektifikačnom zariadení, pozostávajúcom z varáka 7, rektifikačnej kolóny 8, potrubia pre parnú fázu 9, kondenzátora 10, potrubia pre spätný tok 11 a potrubia 12, 13, 14 pre jednotlivé vydestilované komponenty alebo destilačné rezy. Počet potrubí sa určuje podľa technologickeho zámeru delenia; výhodné je pri diskontinuálnej destilácii oddeľovať acetón, medzifrakcie a vodu. Takto sa získa acetón s nízkym obsahom vody a dimetylformamid tiež s veľmi nízkym obsahom vody.

Kontinuálna rektifikačná kolóna 2 je potrubím 16 spojená s absorpčno-desorpčným okruhom 17. Potrubím 16 sa vracia do absorpčno-desorpčného okruhu 17 dimetylformamid úplne zbavený ľahšievrúciach nečistôt. Odstránenie ťažšievrúciach nečistôt sa uskutočňuje tak,

že časť dimetylformamidu odvádzaného z kontinuálnej rektifikačnej kolóny 2 sa potrubím 18, spojeným s potrubím 16 a jednostupňovou destilačnou aparátúrou 19, vedie na čistenie destiláciou, pričom neoddestilované ťažšievrúce zložky sa odvádzajú potrubím 23 na likvidáciu a pary dimetylformamidu sa kontinuálne odvádzajú potrubím 20 do kondenzátora 21 a skondenzovaný čistý dimetylformamid sa vracia potrubím 22 buď priamo, alebo potrubím 16 do absorpčno-desorpčného okruhu 17.

Technologická schéma na obr. nazahrňuje bežne používané aparáty ako zásobníky, medzizásobníky, ďalej meracie a indikačné prístroje, ako aj armatúry, ako sú napríklad ventily.

Navrhovaný postup a zariadenie technologicky jednoduchým riešením umožňujú znovu získať znečistené selektívne rozpúšťadlá o požadovanom vysokom stupni čistoty, súčasne sa znižuje riziko havárie, spôsobenej najmä koróziou a stúpaním koncentrácie látok, ktoré môžu byť až pyroforického charakteru. Navrhovaný postup je pritom ekonomicky nenáročný a aj nároky na energie nie sú vysoké.

Nasledujúce príklady ilustrujú, ale nevymedzujú spôsob použitia.

Príklad 1

Dimetylformamid odoberaný z dimetylformamidového prania, obsahujúci 0,9 % hmot. acetónu, 0,2 % hmot. vody, rozpustený acetylén a ďalšie látky, sa kontinuálne rektifikuje pri teplote pár pred kondenzáciou 114 °C pri normálnom tlaku. Týmto spôsobom sa získava destilát obsahujúci 80 % mol. dimetylformamidu, 5 % mol. vody a 15 % mol. acetónu. Diskontinuálnou rektifikáciou v teplotnom rozmedzí 55 až 157 °C sa získava acetón obsahujúci 0,9 % hmot. vody a dimetylformamid obsahujúci 1 % hmot. vody. Účinnosť odstraňovania nežiadúcich látok v okruhu acetónového a dimetylformamidového prania je vysoká, takže ani pri dlhodobej prevádzke sa neprekročia požadované hodnoty maximálneho obsahu vody v dimetylformamide a v acetóne. Obsah pyroforických látok sa nezvyšuje, resp. je úplne zanedbateľný, ak sa cca 15 % dimetylformamidu z kontinuálnej rektifikácie podrobuje jednostupňovej kontinuálnej destilácii.

Príklad 2

Dimetylformamid z dimetylformamidového prania obsahujúci zo začiatku 0,9 % hmot. acetónu a 0,15 % hmot. vody, rozpustený acetylén a ďalšie látky, sa najprv kontinuálne rektifikuje pri teplote pár pred kondenzáciou 90 °C pri normálnom tlaku. Rektifikácia je nepravidelná, množstvo vody a acetónu v okruhu postupne stúpa na neprípustnú hodnotu. Pôvodné parametre sa pri tomto spôsobe dosahujú diskontinuálnou rektifikáciou celého množstva dimetylformamidu na osobitnom zariadení.

Príklad 3

Dimetylformamid odoberaný z dimetylformamidového prania, obsahujúci 1,1 % hmot. acetonu, 0,8 % hmot. vody, rozpustený acetylén a ďalšie látky, sa kontinuálne rektifikuje pri teplote pár pred kondenzáciou 104 °C pri normálnom tlaku. Rektifikácia pri tejto teplote prebieha stabilne pri zvýšenom dozore na reguláciu prívodu pary do varáka a predohrievača nástreku. Účinnosť odstraňovania vody a acetonu je vyššia ako v príklade 1, takže obsah vody v okruhu po istom čase poklesne až na hodnotu 0,15 až 0,12 % hmot. a ani pri dlhodobej prevádzke sa tento obsah vody neprekročí, pokiaľ sa do okruhu nedostane voda z iných zdrojov.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob regenerácie acetonu a dimetylformamidu rektifikáciou dimetylformamidu použitého pri vypieraní plynov z vysokoteplnej pyrolýzy benzínu v absorpčno-desorpčnom okruhu obsahujúceho najmä aceton, vodu, ako aj ďalšie nečistoty, vymačujúci sa tým, že nižšievrúce látky obohatené dimetylformamidom sa oddeľujú najprv kontinuálnou rektifikáciou pri teplote pár pred kondenzáciou v rozmedzí 100 až 135 °C, s výhodou 104 až 116 °C, po čom z takto získaného kondenzátu sa diskontinuálnou rektifikáciou získava frakcia acetonu s maximálnym obsahom vody 2 % hmot., s výhodou 1 % hmot. a sbytkový dimetylformamid s maximálnym obsahom vody 1 % hmot. sa vracia späť do kontinuálnej rektifikácie, dimetylformamid z kontinuálnej rektifikácie, obsahujúci vyššievrúce zložky sa vedie späť do absorpčno-desorpčného okruhu, pričom 15 až 40 % hmot. z neho, s výhodou 20 až 30 % hmot., sa pred zavedením do tohoto okruhu podrobí kontinuálnemu destilačnému čisteniu.

2. Zariadenie na prevádzanie spôsobu podľa bodu 1, pozostávajúce z rektifikačných a destilačných aparátúr a pomocných zariadení, vymačujúce sa tým, že výstup dimetylformamidu /1/ z absorpčno-desorpčného okruhu /17/ je zapojený ako nástrek do kontinuálnej rektifikačnej kolóny /2/, pričom jej horná časť je zapojená potrubím /6/ na diskontinuálne rektifikačné zariadenie, pozostávajúce z rektifikačnej kolóny /8/ a varáka /7/, ktorého spodok je potrubím /15/ prepojený s nástrekom dimetylformamidu /1/, pritom spodok kontinuálnej rektifikačnej kolóny /2/ je jednak potrubím /16/ priamo a jednak technologiickou odbočkou, tvorenou z potrubí /18,22/, kontinuálnej destilačnej aparatúry, pozostávajúcej z jednostupňovej destilačnej aparatúry /19/, potrubia /20/ a kondenzátora /21/, napojený na absorpčno-desorpčný okruh /17/.

