ČESKOSLOVENSKÁ SOCIALISTICKÁ REPUBLIKA
(19)

ÚŘAD PRO VYNÁLEZY A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

251628

(11) (B1)

(22) Přihlášeno 04 10 84
(21) PV 7510-84

(40) Zveřejněno 18 12 86

(45) Vydáno 15 04 88

(51) Int. Cl.[4]
C 07 C 85/26
C 07 C 87/36

(75)
Autor vynálezu ROZINEK RADOVAN ing., ŠPIČÁK FRANTIŠEK ing., OSTRAVA

(54) Způsob čištění surového cyklohexylaminu

Řešení se týká způsobu čištění surového cyklohexylaminu z katalytické redukce anilinu vodíkem jeho rektifikací a zejména způsobu výměny tepla při rektifikaci.

Vynález se týká způsobu čištění surového cyklohexylaminu z katalytické redukce anilinu vodíkem jeho rektifikací a zejména způsobu výměny tepla při této rektifikaci.

Surový cyklohexylamin, odloučený z reakční směsi z katalytické hydrogenace anilinu, po jejím ochlazení, obsahuje kromě cyklohexylaminu vodu v množství do 0,1 % hmot., uhlovodíky, zejména cyklohexan v množství do 0,7 % hmot., benzen v množství do 0,5 % hmot., nezreagovaný anilin a výševroucí látky, především dicyklohexylamin.

Ze surového cyklohexylaminu se čistý cyklohexylamin získává vsádkovou nebo kontinuální destilací.

V případě vsádkové destilace se ze vsádky - surového cyklohexylaminu nejprve oddestiluje přední frakce, obsahující vodu, uhlovodíky a část cyklohexylaminu, poté se získává čistý cyklohexylamin, následuje frakce obsahující cyklohexylamin znečištěný zejména anilinem. Po ukončení destilace zůstává zbytek, obsahující kromě cyklohexylaminu výševroucí podíly, zejména dicyklohexylamin.

Kontinuální destilace se zpravidla provádí na dvou kontinuálních rektifikačních kolonách. Surový cyklohexylamin se nastřikuje na první kolonu, kde se oddestilují uhlovodíky, voda a část cyklohexylaminu, na druhé koloně se oddělí čistý cyklohexylamin od anilinu a výševroucích podílů.

Je možno také nejprve na první koloně oddestilovat níževroucí podíly, tj. uhlovodíky a vodu spolu s cyklohexylaminem, a teprve na druhé koloně zbavovat cyklohexylamin vody a uhlovodíků.

Uvedené způsoby destilace surového cyklohexylaminu mají některé nevýhody zejména v oblasti výměny tepla. Výměna tepla se provádí pravidelně mezi nástřikem a destilátem nebo patovým produktem. Tento způsob výměny tepla není z hlediska využití tepla dostatečně účelný.

Způsob čištění surového cyklohexylaminu z katalytické redukce anilinu vodíkem jeho rektifokací ve dvou destilačních stupních, kdy v prvním destilačním stupni se oddestiluje azeotropická směs uhlovodíků a vody a v druhém destilačním stupni se oddestiluje čistý cyklohexylamin od anilinu a výševroucích podílů vyznačený tím, že parami čistého cyklohexylaminu z druhého destilačního stupně pracujícího za atmosférického tlaku se nejprve otápí vařák prvního destilačního stupně, pracující za tlaku 45 až 50 kPa, poté se jimi předehřívá odtah z vařáku prvního destilačního stupně a následně se jimi předehřívá nástřik surového cyklohexylaminu do prvního destilačního stupně, poté se část zkondenzovaného čistého cyklohexylaminu vede jako reflux do druhého destilačního stupně, přičemž teplota v prvním destilačním stupni se reguluje intenzitou odtahu uhlovodíků tak, aby teplota odtahových par byla 54 až 56°C za tlaku 45 až 50 kPa, přitom teplota vařákové kapaliny v prvním destilačním stupni se udržuje v rozmezí 111 až 116°C.

Způsob čištění surového cyklohexylaminu podle vynálezu je znázorněn na schématu č. 1, který je na přiloženém obrázku.

Podle přiloženého schématu se surový cyklohexylamin nastřikuje potrubím 1 do výměníku 2, kde se předehřeje na 105 až 115°C, poté postupuje potrubím 3 do vakuové kolony 4 kde probíhá první destilační stupeň. Ve vařáku 5 této vakuové kolony 4 se udržuje teplota 111 až 115°C.

Destilát z vakuové kolony 4 kondenzuje v chladiči 6 a vodná a organická vrstva se separují v děličce 7. Organická vrstva se vrací jako reflux do vakuové kolony 4. Část organické vrstvy se odtahuje tak, aby se teplota na hlavě vakuové kolony 4 udrže-

vala na 54 až 56°C za tlaku 45 až 50 kPa. Vodní vrstva z děličky 7 odchází potrubím 8 do odpadních vod. Vařákový zbytek z vakuové kolony 4 je nastřikován, přes výměník 9, kde se předehřeje na 125 až 130°C, do atmosférické kolony 10, která tvoří druhý stupeň destilace. Páry čistého cyklohexylaminu odcházejí z hlavy atmosférické kolony 10 kondenzují ve vařáku 5 vakuové kolony 4 ve výměníku 9 a ve výměníku 2. Poté odchází potrubím 11 jako čistý cyklohexylamin. Část kondenzátu se vrací potrubím 12 jako reflux na hlavu atmosférické kolony 10. Vařák 13 atmosférické kolony 10 je etápěn vodní parou. Vařákový zbytek je z atmosférické kolony 10 odtahován potrubím 14 takovou rychlostí, aby se v patě atmosférické kolony 10 udržovala teplota 154 až 160°C.

Způsob výměny tepla podle vynálezu, kdy vakuová kolona 4 pracuje za tlaku 45 až 50 kPa, umožňuje využít část kondenzačního tepla par cyklohexylaminu k etápění vařáku 5 a pokrýt tak spotřebu tepla v prvním destilačním stupni.

Další část kondenzačního tepla par cyklohexylaminu se využije pro ohřev nástřiku surového cyklohexylaminu ve výměníku 2 a ohřev nástřiku patového produktu z vakuové kolony 4 na atmosférickou kolonu 10 ve výměníku 9.

Výsledkem výše uvedených výhod je snížení spotřeby páry na destilaci surového cyklohexylaminu až na 330 kg/t čistého cyklohexylaminu.

Příklad :
Na destilačním zařízení, které je znázorněno na schematu č. 1 se zpracovávala 1 t/h surového cyklohexylaminu o složení

cyklohexylamin	96,13 % hmot.
voda	0,10 % hmot.
cyklohexen	0,67 % hmot.
benzen	0,42 % hmot.
anilin	0,85 % hmot.
dicyklohexylamin	1,65 % hmot.
jiné výševroucí látky	0,12 % hmot.

Tato surovina byla předehřáta ve výměníku 2 na 110°C. Na hlavě vakuové kolony 4 byla udržována teplota 54°C a tlak 47 kPa. Účinnost vakuové kolony 4 odpovídala 30 teoretickým patrům.

Ve vařáku 5 vakuové kolony 4 byla udržována teplota 112°C, což zajišťovalo obsah 0,0015 % hmot. cyklohexylaminu, 0,0030 % hmot. benzenu, 97,11 % hmot. cyklohexylaminu ve vařákové kapalině.

Vařáková kapalina z vakuové kolony 4 byla nastřikována přes výměník 9, kde se ohřála na 130°C, do atmosférické kolony 10, která měla účinnost odpovídající 15 teoretickým patrům.

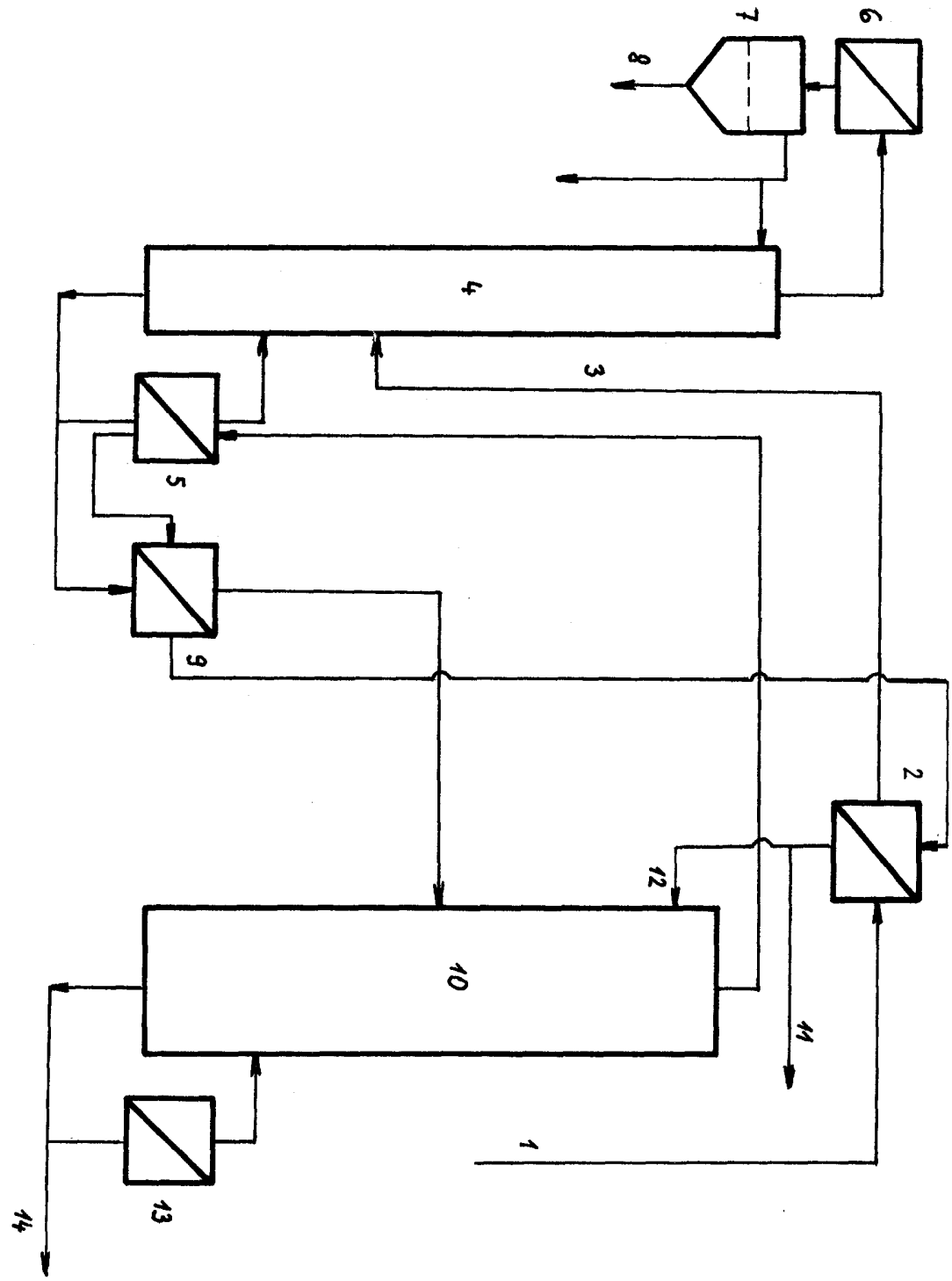
Teplota vařáku 13 atmosférické kolony 10 byla udržována na 156°C. Čistý cyklohexylamin odtahovaný z atmosférické kolony 10 obsahoval 0,0017 % hmot. cyklohexylaminu, 0,0032 % hmot. benzenu, 0,01 % hmot. anilinu, 0,02 % hmot. jiných látek.

Destilační zbytek, odtahovaný z atmosférické kolony 10 v množství 55,4 kg/h, obsahoval 50 % hmot. cyklohexylaminu. Spotřeba syté páry o tlaku 1,3 MPa byla 330 kg/t čistého cyklohexylaminu.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob čištění surového cyklohexylaminu z katalytické redukce anilinu vodíkem ve dvou destilačních stupních, kdy se nejprve od surového cyklohexylaminu oddestiluje azeotropická směs uhlovodíků a vody, se v druhém destilačním stupni oddestiluje čistý cyklohexylamin od anilinu a výševroucích látek vyznačený tím, že páry vystupující z druhého destilačního stupně pracujícího za atmosférického tlaku, nejprve předávají teplo vařákové kapalině prvního destilačního stupně, následně předávají teplo odtahu vařákové kapaliny z prvního destilačního stupně a poté předávají teplo nastřikovanému surovému cyklohexylaminu do prvního destilačního stupně, část zkondenzovaných par čistého cyklohexylaminu se vede jako reflux do druhého destilačního stupně, přičemž teplota v prvním destilačním stupni se reguluje intenzitou odtahu uhlovodíků tak, aby teplota odtahových par byla 54 až 56 °C za tlaku 45 až 50 kPa, přitom teplota vařákové kapaliny v prvním destilačním stupni se udržuje v rozmezí 111 až 115 °C.

1 výkres


7
6
8
4
3
5
9
2
12
10
11
1
13
14