



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

196436
(11) (B2)

(22) Přihlášeno 19 11 68
(21) [PV 7866-68]

(51) Int. Cl.³
C 01 C 3/00
C 01 B 7/01

(40) Zveřejněno 31 07 79

(45) Vydáno 15 03 83

(72) (73)
Autor vynálezu
a současně
majitel patentu

DURRELL WILLIAM S., ECKERT ROBERT J. JR. a
SURYANARAYANA YELAGONDAHALLY S., MOBILE (Sp. st. a.)

(54) Způsob oddělování chlorkyanu

1

Vynález se týká způsobu oddělování chlorkyanu a chloru ze silně kyselé reakční směsi vznikající v reakční koloně za nízkých ztrát hydrolýzou a při dobrém rozdělovacím účinku.

Chlorkyan je cenným meziproduktem pro výrobu kyanurchloridu, který je zase meziproduktem pro výrobu velkého počtu produktů jako farmaceutik, herbicidů, barviv, zjasňovacích prostředků, syntetických pryskyřic, umělých hmot, gumy, trhavin atd.

V US patentu č. 3 197 273 (Elwood Bruce Trickey) je popsán nyní používaný provozní způsob výroby chlorkyanu sloužící k převedení na kyanurchlorid. Podle tohoto způsobu se chlor a kyselina kyanovodíková uvedou do reakčního dílu výplňové kolony, která sestává z frakční části, z promývačky plynu, reaktoru a oddělovače plynu. Voda se přivádí na horním konci pračky plynu, na dolním konci oddělovače plynu se zahřívá těžká fáze pomocí páry. Volbou správné dávky různých reakčních složek lze výši teploty v koloně řídit tak, aby plynný chlorkyan bylo možno odtahovat ve vysokých výtěžcích z hlavy kolony.

Způsob, popsáný ve shora uvedeném patentním spise je sice uspokojující vzhledem ke kvalitě a množství vyráběného produktu, ale kromě tohoto se získá jako těžká fáze

2

zředěný, tj. 2 až 3% vodný roztok kyseliny chlorovodíkové. Tento vedlejší produkt lze relativně snadno odstranit, v případě že se ho vyloučí jen málo; v praxi jsou ale vyloučená množství tak vysoká, že není možné je vzhledem k ustanovení ochrany vodních toků proti znečištění, jednoduše odvést jako odpadní vody. Na druhé straně by z ekonomických důvodů nebylo možné provádět zkoncentrované zředěné kyseliny chlorovodíkové za účelem jejího dalšího použití nebo prodeje, neboť výdaje na toto zkoncentrování by byly větší než prodejní cena technické čisté koncentrované kyseliny chlorovodíkové.

Vyřešení problému dalšího zpracování nebo prodeje kyseliny solné, vyloučené jako meziprodukt, tím, že výroba chlorkyanu probíhá za podmínek, při kterých se získává koncentrovanější kyselina chlorovodíková se až dosud jevílo jako neproveditelné a sice pro ekonomicky neúnosné ztráty na výchozím materiálu, tj. kyselině kyanovodíkové, vzhledem k probíhající hydrolýze, popřípadě spolu s touto v těžké fázi vyloučené kyselině chlorovodíkové.

Při uvažovaném technickém způsobu výroby chlorkyanu je proto nutné udržovat ztráty způsobené hydrolýzou nízké, popřípadě musí být ztráty kyseliny kyanovodíkové prak-

tický vyloučený. Ztráty způsobené hydrolyzou jsou mezi jiným závislé také na způsobu oddělování plynného chlorkyanu a chlóru rozpuštěných v odkalovacím produktu chlorkyanové reakční kolony. Ve shora zmíněném pat. spisu se toto oddělování provádí zahříváním reakční směsi parou v baňce. Zatímco průběh této metody v přítomnosti zředěné kyseliny chlorovodíkové je možný, vede naproti tomu oddělovací metoda pomocí zahřívání, používaná při způsobu výroby za přítomnosti koncentrované kyseliny chlorovodíkové ke značnému zvýšení hydrolyzy.

Předmětem předloženého vynálezu je způsob oddělování chlorkyanu z reakční směsi vznikající při syntéze chlorkyanu z chlóru a kyseliny kyanovodíkové a obsahující 15 až 20 % hmotnostních chlorovodíku, který spočívá v tom, že se reakční směs vede při teplotě 15 až 60 °C se shora dolů náplňovou kolonou a současně se v protiproudu vůči reakční směsi nechá proudit plynný chlor o teplotě místnosti, získaná směs plynů sestávající z chlorkyanu a chlóru se odvádí z hlavy kolony a kyselina chlorovodíková zbavená chlorkyanu se odvádí v místě paty kolony, načež se získaná kyselina chlorovodíková zbavuje zahříváním na teplotu varu rozpuštěného chlóru.

Zatímco teplota, při níž se chlorkyan vypuzuje z reakční směsi, se udržuje na nízké hodnotě, je možné udržet ztráty vzniklé hydrolyzou rovněž nízkou, neboť následující zahřívání zbytku reakční směsi pro vypuzení plynného chlóru, který je v ní rozpuštěn nemá již žádný vliv na ztráty způsobené hydrolyzou. Uvedená oddělovací metoda zmenšuje ztráty způsobené hydrolyzou na 1/10 nebo na ztráty menší, než jaké vznikají u známých dělicích metod, u nichž dělení probíhá pomocí zahřívání.

Vynález je popsán ve vztahu na připojený výkres, který představuje schematický nárys dělicí kolony, jakožto zařízení pro provedení způsobu podle vynálezu.

Podle uvedeného příkladu provedení sestává zařízení podle vynálezu z kolony 10, v jejíž horní dělicí části 11 je upravena vrstva náplňových tělísek, která je tvořena známými druhy těchto tělísek. Na dolním konci horní dělicí části 11 kolony 10 je otvor 12 pro přívod plynného chlóru a na horním konci horní dělicí části 11 kolony 10, tj. na hlavě kolony 10 je upravena (směrem nahoru vedoucí) výpust 13 plynu. Přímou pod výpustí 13 plynného chlóru je hlava kolony 10 opatřena přívodem 14 pro kapalinu.

Kolona 10 je rovněž opatřena v dolní dělicí části 15 vrstvou náplňových tělísek známých pro oddělování plynu. Na dolním konci této dolní dělicí části 15 kolony 10 je upravena jímka 16, do níž je vestavěn parní had 17. Dno jímky 16 je opatřeno vedením 18 pro odvádění kyseliny solné.

Při uvedeném účelu použití, pro který byla podle předloženého vynálezu dělicí kolona určena, je výpust 13 plynného chlóru připojena na horní dělicí část 11 kolony 10

pomocí vedení ke spodku reaktoru kolony 10 (neznázorněno), ve kterém se převádí chlor reakcí s kyselinou kyanovodíkovou ve vodném prostředí. Přívod 14 kapaliny je spojen rovněž se spodkem reaktoru kolony 10 vedením, kterým je kolona 10 plněna kapalnou těžkou fází z reaktoru kolony.

Během provozu plní se kolona 10 nad horní dělicí částí 11 výplňové polohy vodným roztokem reakční směsi sestávající z 15 až 20% kyseliny chlorovodíkové a obsahující rozpuštěný chlorkyan až ke stupni nasycení, právě tak jako chlor, při teplotě mezi 60 °C a teplotou místnosti a tato směs se nechá stékat přes náplňová tělíska. Plynný chlor se vtačuje při teplotě místnosti otvorem 12 do kolony 10 tak, že proudí vzhůru v protiproudu vzhledem k reakční směsi, horní dělicí částí 11 kolony 10. Tímto způsobem se výhodně vypuzuje rozpuštěný chlorkyan z reakční směsi v plynném stavu, aniž by přitom znatelně s chlorem nebo aniž by probíhala hydrolyza. Výměnou tepla ve vrstvě náplňových tělísek je možné provést oddělení plynu prakticky při teplotě místnosti, nebo při teplotě o málo vyšší. Použité teploty nejsou proto přes vysokou koncentraci kyseliny v reakční směsi příznivé pro hydrolysu.

Reakční směs ochuzená o chlorkyan teče dále dolní dělicí částí 15 kolony 10 do jímky 16 vyhřívané pomocí parního hadu 17. Rozpuštěný plynný chlor se vyžene pomocí zahřívání a na výstupu ohřeje vrstvu náplňových tělísek. Dělicí část kolony 10 je dostatečně dlouhá, takže je umožněna výměna tepla mezi přiváděným plynným chlorem a odtékajícím vodním roztokem a přiváděný proud plynného chlóru je ve výšce otvoru 12 pro plynný chlor ochlazen na teplotu místnosti.

Při tomto způsobu oddělování chlorkyanu z vodného roztoku kyseliny chlorovodíkové pomocí plynného chlóru při teplotě místnosti ve výplňové koloně nedochází k žádné přeměně chlorkyanu na jiné sloučeniny jako například NH_4Cl , která by byla hodná zmínky. Chlor používaný k vypuzení chlorkyanu může být dodatečně uveden v reaktoru kolony do reakce kyselinou kyanovodíkovou za účelem získání chlorkyanu, aniž by přitom vznikly větší ztráty hydrolysou.

Následující příklady slouží k objasnění způsobu dělení podle vynálezu, který spočívá v oddělování chlorkyanu pomocí plynného chlóru při teplotě místnosti.

Příklady 1 až 6

Příklady oddělování 1 až 6 podle tabulky 1 se provádí v koloně dlouhé 183 cm a průměru 2,5 cm, naplněné 0,3 cm — Raschigovými kroužky. Tato kolona odpovídá shora uvedené výplňové koloně zařízení podle výkresu. Plynný chlor se při teplotě místnosti vede z oddělené předlohy pro chlor, testovací směsi vodného roztoku chlorkyanu, obsahující 15 až 20 % kyseliny chlorovodíko-

vé pochází z oddělené reakční kolony. V příkladech se testovací směs množství 10 ml/min jednoduše nalije do kolony, zatímco plyný chlor se vtlačuje v množství 5 ml/min do dolní části kolony.

Výhoda způsobu podle vynálezu oproti známému stavu techniky je znázorněna pomocí údajů ztrát hydrolysou u způsobu podle vynálezu ve srovnání se známými způsoby. K tomu účelu se použijí stejné testovací směsi pro příklady 1 až 6 a chlorkyan se vyžene zahříváním. Ukázalo se, že ztráty hydrolysou při zpracování reakční směsi obsahující kyselinu chlorovodíkovou, která se vyloučí při synthese chlorkyanu podle vynálezu byly sníženy z hodnoty více procent na hodnotu zlomku procenta.

Shora popsaná a na výkresu znázorněná kolona 10 může být sama o sobě použita podle předloženého vynálezu. Tato kolona je ale opatřena přípojkami vedení ke spojení s reaktorem kolony a s výhodou je spojena se dnem reaktoru kolony. Provedení

vynálezu je sice popsáno v závislosti na výchozí synthese chlorkyanu z chloru a kyseliny kyanovodíkové, použití vynálezu není ale omezeno pouze na tento způsob.

Bylo popsáno zařízení a způsob, při němž se toto zařízení používá pro oddělování chlorkyanu z reakční směsi, při němž nevznikají ztráty hydrolysou, o kterých bylo nutné se zmiňovat. Plyný chlor používaný k oddělování může být dodatečně použit jako reakční složka pro výrobu chlorkyanu, aniž by přitom vznikaly větší ztráty způsobené hydrolysou. Vypučený chlorkyan se oddělí známým způsobem od chloru před jeho dalším použitím k synthese chlorkyanu.

Jak bylo shora uvedeno, má vynález četné výhody. Zde popsané a znázorněné provedení zařízení podle vynálezu je výhodnou formou provedení. Tvarové odchylky, odchylky v konstrukci a uspořádání součástí zařízení podle vynálezu, jsou v rozsahu předloženého vynálezu možné.

Tabulka I.

Příklad	Průchod x-krát kolonou	% HCl ve směsi	% ztráty hydrolysou	% ztráty hydroly- sou při zahřívání
1 a	2	—	0,13	0,95
b	1	—	0,26	0,95
2 a	1	—	0,80	2,1
b	2	—	0,53	2,1
3	2	17,5	0,13	2,8
4	2	18	0,53	2,4
5	2	15	0,01	0,91
6	2	17,2	0,21	1,28

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob oddělování chlorkyanu z reakční směsi vznikající při syntéze chlorkyanu z chloru a kyseliny kyanovodíkové a obsahující 15 až 20 % hmotnostních chlorovodíku, vyznačující se tím, že se reakční směs vede při teplotě 15 až 60 °C shora dolů náplňovou kolonou a současně se v protiproudu vůči reakční směsi nechá proudit plyný chlor

o teplotě místnosti, získaná směs plynů sestávající z chlorkyanu a chloru se odvádí z hlavy kolony a kyselina chlorovodíková zbavená chlorkyanu se odvádí v místě paty kolony, načež se získaná kyselina chlorovodíková zbavuje zahříváním na teplotu varu rozpuštěného chloru.

1 list výkresů

196436

