

DEUTSCHE DEMOKRATISCHE REPUBLIK



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) **DD** (11) **228 460 A1**

4(51) **B 01 J 19/00**
C 07 B 35/06

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP B 01 J / 266 603 2	(22)	24.08.84	(44)	16.10.85
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	VEB Chemische Werke Buna, 4212 Schkopau, DD
(72)	Mühlenbruch, Maryke, Dr. Dipl.-Ing.; Mennig, Johannes, Dipl.-Chem.; Bülow, Hans-Joachim; Kolbe, Johannes, DD

(54) Vorrichtung zur Abspaltung von Chlorwasserstoff aus chlorhaltigen Verbindungen

(57) Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung von Olefinoxiden und ungesättigten Chlorkohlenwasserstoffen. Erfindungsgemäß ist die Vorrichtung ein Vertikalverseifer mit oder ohne Verstärkungssäule, mit bis zu 5 Schlitzböden ohne Ablaufschacht im unteren Teil, die über eine Tauchung geflutet sind. Durch die Verwendung der der Erfindung zugrunde liegenden Vorrichtung wird eine Verbesserung der Ausbeute bei gleichem Energieeinsatz erzielt.

ISSN 0433-6461

6 Seiten

Titel der Erfindung

Vorrichtung zur Abspaltung von Chlorwasserstoff aus chlorhaltigen Verbindungen

Anwendungsgebiet der Erfindung

Kontinuierliche Herstellung von Olefinoxiden und ungesättigten Chlorkohlenwasserstoffen

Charakteristik der bekannten technischen Lösung

Es ist bekannt, daß die Abspaltung von Chlorwasserstoff aus chlorhaltigen Verbindungen mit im Überschuß zugesetzter Kalkmilch, Natron- oder Kalilauge durchgeführt werden kann. Um Ausbeuteverluste durch Bildung von Neben- und Folgeprodukten bzw. durch nichtreagiertes Einsatzprodukt zu vermeiden, ist nach dem Stand der Technik eine exakte pH-Führung, eine gute Vermischung der Reaktanten und das schnelle Entfernen des gebildeten Olefinoxids oder des ungesättigten Chlorkohlenwasserstoffs aus dem Reaktionsgemisch erforderlich.

Im kontinuierlichen Betrieb bringt das Arbeiten mit einer Feststoffsuspension, die außerdem noch größere Beimengungen an Ferrosilicium enthalten kann, hinsichtlich der Dosierung, der Regelung des Flüssigkeitsstandes und der Reinhaltung der Apparaturen Schwierigkeiten mit sich.

In der Regel wird die chlorhaltige Verbindung mit Kalkmilch oder wäßriger alkalischer Lösung vermischt und durch einen liegenden Reaktor geschickt, der zur Vermeidung von Rückvermischung mit Schikanen ausgerüstet ist. Zur schnellen Abtreibung des ge-

bildeten Olefinoxids bzw. des ungesättigten Chlorkohlenwasserstoffs wird Dampf durch die Flüssigkeit im Reaktor geblasen. Anschließend wird ein großer Teil des Dampfes in einem Dephlegmator kondensiert und zurück in das Reaktionsgemisch geleitet. In der JA-PS 13819 wird ein anderer Reaktortyp beschrieben, bei dem mittels eines Siebes eine bessere Verteilung des einzublasenden Dampfes erreicht wird.

Gemäß der BRD-AS 10 82 234 ist der Verseifer ein mit einem Deckel versehener Behälter, durch den die Reaktionsteilnehmer auf spiralförmiger horizontaler Bahn mit oder ohne Innenrührer geführt werden. In der DDR-PS 105605 wird für die Verseifung die Verwendung eines Schlaufenreaktors oder eines Rührkessels mit Mehrstufen-Impuls-Gegenstromrührern beschrieben.

Die in der Literatur vielfältig vorgeschlagenen mit Dampf im Gegenstrom betriebenen Reaktionskolonnen mit unterschiedlichen Einbauten, wie z. B. Ventilböden (BRD-PS 16 43 847), rotierende Glockenböden (BRD-AS 11 72 249) und Füllkörper (BRD-AS 20 56 198), sind bei Verwendung ferrosiliciumhaltiger Kalkmilch ungeeignet, da Ferrosilicium u. a. zur Bildung fest anhaftender Haufwerke neigt, die die Einbauten schnell verstopfen und damit eine kontinuierliche Prozeßführung verhindern.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Verbesserung der Ausbeute durch Senkung der Verluste im Abwasser und Minimierung der Nebenproduktbildung.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Aufgabe der Erfindung

Die Abspaltung von Chlorwasserstoff ist bei Verwendung von Kalkmilch, die Ferrosilicium enthalten kann, aus den geschilderten Gründen immer noch mit Problemen verbunden und bisher nicht zufriedenstellend gelöst worden. Aufgabe der Erfindung ist da-

her die Schaffung einer einfachen, zuverlässigen und effektiven Vorrichtung zur kontinuierlichen Herstellung von Olefinoxiden und ungesättigten Chlorkohlenwasserstoffen.

Merkmale der Erfindung

Die Aufgabe wird erfindungsgemäß durch eine Vorrichtung gelöst, die aus einem Vertikalverseifer mit oder ohne Verstärkungssäule mit bis zu 5 Schlitzböden ohne Ablaufschacht im unteren Teil besteht, die über eine Tauchung geflutet sind. Die Schlitzböden haben eine freie Fläche von 6 bis 18 %, vorzugsweise 8 bis 15 %, und einen Bodenabstand von 200 bis 500 mm, vorzugsweise 250 bis 400 mm, wobei im Gegenstrom geführter Dampf für die Turbulenz sorgt.

Die Schlitzböden können so ausgelegt sein, daß eine konstante Dampfgeschwindigkeit in den Schlitzten über die getauchte Höhe erzielt wird. Das Einstellen der konstanten Dampfgeschwindigkeit über die Böden erfolgt durch eine der zunehmenden Dampfmenge entsprechenden Vergrößerung der freien Fläche nach oben zu.

Das Gemisch der Reaktionspartner, das auf dem obersten der getauchten Böden zugeführt wird, wird durch die erfindungsgemäße Gestaltung des Reaktors mit stark herabgesetzter Rückvermischung kontinuierlich durch den Reaktor geleitet, daß eine Verringerung der Nebenproduktbildung und der Verluste im Abwasser sowie ein großer Selbstreinigungseffekt erzielt werden.

Ausführungsbeispiel

Der Vertikalverseifer mit einem Durchmesser von 2 m ist mit 4 Schlitzböden ohne Ablaufschacht ausgerüstet, die eine freie Fläche von 12 % haben und die über eine Tauchung geflutet sind. Das Gemisch der Reaktionspartner wird auf den obersten der getauchten Böden zugeführt.

Der Bodenabstand beträgt 200 mm. Am Boden des Reaktors wird im Gegenstrom über einen geeigneten Verteiler Niederdruckdampf eingeblasen. Die Abführung des Abwassers erfolgt unterhalb der Dampfeinleitung.

Durch Verwendung des erfindungsgemäßen Vertikalverseifers ist eine Ausbeutesteigerung um 2,8 % bei gleichem Energieeinsatz möglich.

Erfindungsanspruch

1. Vorrichtung zur Abspaltung von Chlorwasserstoff aus chlorhaltigen Verbindungen zur kontinuierlichen Herstellung von Olefinoxiden und ungesättigten Chlorkohlenwasserstoffen insbesondere Propenoxid und Tri- bzw. Tetrachlorethen gekennzeichnet dadurch, daß die Vorrichtung ein Vertikalverseifer ist, in dessen unteren Teil Schlitzböden ohne Ablaufschacht angebracht sind.
2. Vorrichtung gemäß Punkt 1 gekennzeichnet dadurch, daß bis zu 5 Schlitzböden, vorzugsweise 3 bis 5 Schlitzböden, angebracht sind.
3. Vorrichtung gemäß Punkt 1 gekennzeichnet dadurch, daß die freie Fläche der Schlitzböden 6 bis 18 %, vorzugsweise 8 bis 15 %, und der Bodenabstand 200 bis 500 mm, vorzugsweise 250 bis 400 mm, beträgt.
4. Vorrichtung gemäß Punkt 1 gekennzeichnet dadurch, daß sie mit einer Verstärkungssäule ausgerüstet ist, die 1 bis 5 Stoffaustauschböden bzw. -einheiten enthält.