

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

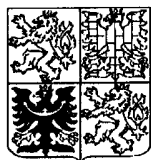
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

138-99

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **08. 07. 97**

(32) Datum podání prioritní přihlášky: **15.07.96**

(31) Číslo prioritní přihlášky: **96/1003591**

(33) Země priority: **NL**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **11. 08. 99**
(Věstník č. 8/99)

(86) PCT číslo: **PCT/NL97/00396**

(87) PCT číslo zveřejnění: **WO 98/02225**

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

B 01 D 17/06

(71) Přihlášovatel:

DSM N. V., Heerlen, NL;

(72) Původce:

Simons Antonius Jacobus Franciscus,
Geleen, NL;

Thijert Marcellinus Plechelmus Gerhardus,
Augusta, GA, US;

(74) Zástupce:

Všetečka Miloš JUDr., Hálkova 2, Praha 2,
12000;

(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob provádění elektrostatické ko-
alescence**

(57) Anotace:

Způsob rozdělování disperze, která má spoji-
tou organickou fází a dispergovanou vodnou
fází, z výroby kaprolaktamu, při kterém se na
disperzi aplikuje elektrostatická koalescence
při elektrickém poli alespoň 500 Volt na centi-
metr a kmitočtu alespoň Hz, čímž se vyvolá
tvorba oddělené vodné vrstvy.

CZ 138-99 A3

15.01.99

UDr. Miloš VŠETEČKA
advokát
120 00 PRAHA 2, PÁKOVÁ 2

Způsob provádění elektrostatické koalescence

Oblast techniky

Vynález se týká elektrostatické koalescence, konkrétně postupu oddělování disperze z procesu výroby kaprolaktamu, která má spojitou organickou fázi a dispergovanou vodnou fázi.

Dosavadní stav techniky

V procesu výroby kaprolaktamu se kaprolaktam připravuje z cyklohexanonoximu Beckmannovým přesmykem v přítomnosti kyseliny sírové nebo olea. Směs se po provedení tohoto přesmyku neutralizuje amoniakem, přičemž vzniká síran amonný. V následující fázi se potom kaprolaktam extrahuje z vody organickým rozpouštědlem, například benzenem. Ve výsledné organické fázi je tedy přítomna dispergovaná vodná fáze. Tato vodná fáze obsahuje vedle kaprolaktamu rovněž síran amonný. Přítomnost síranu amonného je při následujícím zpracování a čištění kaprolaktamu nevýhodná. Proto je co největší odstranění dispergované vodné fáze nejvýše žádoucí.

Podle dosavadních znalostí v tomto oboru existuje mnoho postupů, kde je potřeba rozrušit disperze.

Usazovací nádrže pro rozdělení disperzí je možné použít tam, kde se dostatečně liší hustoty obou fází. Hustší fáze klesá pod fázi méně hustou, přičemž za předpokladu, že je k dispozici dostatek času, dojde k oddělení obou fází natolik, aby mohly být odčerpány. Takové postupy však

vyžadují používání značně velkých nádrží, které zabírají odpovídající velký prostor. Navíc takový postup oddělování by byl nejpomalejší etapou stále více rozšířenějšího postupu výroby kaprolaktamu a proto by určoval výkonnost celého postupu.

Rovněž je možné používat koalescenční přípravky nebo postupy vymývání k odstranění dispergované fáze, jak je například popsáno v německé patentové přihlášce 1 031 308. Přídavek kaustické promývací látky do postupu výroby kaprolaktamu je pro kvalitu kaprolaktamu nevýhodný.

V patentu Spojených států amerických č. 3 528 907 se popisuje možnost oddělení vody dispergované v uhlovodíku, například v ropě, z uvedené ropy pomocí elektrického pole. Tento patent však rovněž ukazuje, že napětí aplikovaného elektrického pole nesmí nakonec přesáhnout 1 000 V na 25,4 milimetru (1 palec), nebo 400 V na cm, protože by to vyvolalo zkrat mezi elektrodami. Nevýhoda této metody spočívá zejména v tom, že z disperze, která obsahuje nejvýše jen asi 5 % hmotnostních vodné fáze z celkového podílu kapalných fází, není možno vodnou fázi snadno od organické fáze oddělit.

V evropské patentové přihlášce č. 51463 se popisuje usazování kapalných emulzí pomocí elektrostatické koalescence. Tento postup však vyžaduje přítomnost velkých objemů vodivé kapaliny (vodné fáze), například 50 %. Při tomto postupu jsou potřebné speciálně izolované elektrody, protože jinak může dojít ke zkratu.

Německá patentová přihláška 3 709 456 i evropská patentová přihláška 438790 popisují oddělování kapalných

membránových systémů, kde vodná fáze je spojitou fází.

Disperze obecně vykazují spojitou distribuci velikostí částic. Disperze je možno dále podrozdělit na primární a sekundární disperze. V případě primárních disperzí mají částice tvořící dispergovanou fázi průměrnou velikost částic $> 0,1$ milimetru. V mnoha případech se tyto disperze mohou snadno rozdělit gravimetricky pomocí usazovacích nádrží. V případě sekundárních disperzí však mají částice, tvořící dispergovanou fázi, průměrnou velikost částic jen $>> 0,1$ milimetru. Rozdělení takovýchto emulzí pomocí usazovacích nádrží však v případě průmyslového využití znamená nepříjemně dlouhou časovou ztrátu. Pro zkrácení tohoto času rozdělování je proto možné a výhodné použít elektrostatickou koalescenci podle tohoto vynálezu.

Podstata vynálezu

Hlavním cílem tohoto vynálezu je poskytnutí způsobu, jímž by se mohly velmi účinně rozdělovat disperze z procesu výroby kaprolaktamu, zejména disperze obsahující nevíce jen asi 5 % hmotnostních vody.

Tento cíl je dosažen použitím elektrostatické koalescence pomocí elektrického pole o napětí alespoň 500 V/cm s kmitočtem alespoň 5 Hz. Rovněž je možno použít elektrická pole se (špičkovým) napětím alespoň 1 000 V/cm, výhodně alespoň 3 000 V/cm, výhodněji alespoň 5 000 V/cm a zejména alespoň 10 000 V/cm, přičemž při těchto parametrech se výsledky rozdělování stále zlepšují. Přes používání takto vysokých elektrických polí nedochází ke zkratům, přece však je oddělení vodné fáze z fáze organické velmi účinné. Podle vynálezu bylo například zjištěno, že při

kmitočtu 50 Hz se může oddělit 50 % přítomné vodné fáze po 10 minutách při napětí 733 V/cm. Při 6 666 V/cm se může po 10 minutách oddělit až 90 % přítomné vodné fáze. Aby se docílil stejný účinek pomocí usazovacích nádrží, trvalo by to mnoho dnů až týdnů.

Při provádění této elektrostatické koalescenci je samozřejmě rovněž možné měnit kmitočet. Podle tohoto vynálezu byly docíleny dobré výsledky v případech, kdy kmitočet činil alespoň 20 Hz. Velmi dobře se mohou používat kmitočty až do 500 Hz. Dobrých výsledků je možno rovněž dosáhnout i v případě použití frekvencí mimo uvedená výhodná rozmezí.

Popis přiložených obrázků

Postup podle vynálezu je v dalším ilustrován s pomocí přiložených obrázků, na kterých je:

na obrázku 1 schematicky znázorněn jeden typ přístroje, který se může použít při provádění postupu podle tohoto vynálezu,

a na obrázku 2 je schematicky znázorněn jiný typ přístroje, který se může použít při provádění postupu podle tohoto vynálezu.

Tvar nádoby, nebo nádrže, v nich může probíhat elektrostatická koalescence, je málo důležitý. Tato nádoba může být válcová, čtvercová, pravoúhlá, atd.

Postup elektrostatické koalescence podle tohoto vynálezu se může provádět buď kontinuálně, nebo vsázkově.

V případech, kdy se používá kontinuální elektrostatická koalescence, je však věnovat pozornost vnitřnímu uspořádání nádoby nebo nádrže, aby se zajistilo laminární proudění; v této souvislosti může být důležitý poměr délky a průměru. Zejména je nutné zabránit turbulentnímu proudění, protože tato turbulence nepříznivě ovlivňuje oddělování nebo případně může mít nepříznivé důsledky na časovou náročnost procesu oddělování.

Elektrody, které se mohou při tomto postupu používat, mohou být vyrobeny z různých materiálů, například z vodivého skla, kovu, atd. Pro předmětný vynález není podstatný tvar elektrod. Jako příklad je možno uvést elektrody tyčové nebo elektrody deskové. Tyto elektrody mohou být izolované, nebo neizolované. Použití neizolovaných elektrod může přinést výhodný rozdíl týkající se pořizovacích nákladů. Z důvodů bezpečnosti nebo spotřeby energie je možné alternativně zvolit izolované elektrody.

Pro předmětný vynález není ve skutečnosti důležitá teplota, při níž k odlučování pomocí elektrostatické koalescence dochází, přičemž výhodně je možno použít teploty místnosti. Zatímco obvykle vyšší teploty podporují rychlejší oddělení fází, je obecně nutné hlídat příliš vysoký vzestup teploty, a sice z toho důvodu, aby disperze, která se má rozdělit, nezačala vřít, nebo aby nedošlo ke vzniku plynu, což by vyvolalo turbulence a následné obnovení tvorby disperze.

Je samozřejmě vždycky možné použít elektrostatickou koalescenci za zvýšeného tlaku, aby se tak předešlo varu disperze.

Při provádění tohoto postupu je možno použít jak střídavý tak i stejnosměrný proud. V případě, kdy se používá střídavý proud mohou být jeho impulsy buď sinusové nebo pravoúhlé, mohou mít pilovitý tvar nebo mohou být kombinací předchozího, protože na výsledky rozdělení má tato skutečnost jen malý zjevný vliv.

Termín organická fáze, který je používán v textu předmětného vynálezu, se týká jedné organické sloučeniny nebo více organických sloučenin tvořených uhlíkem a vodíkem, například lineárních a cyklických uhlovodíků, které mohou rovněž obsahovat další atomy, jako je například kyslík, síra, dusík, halogeny, atd. K příkladům takovýchto sloučenin patří benzen, toluen, cyklohexan, heptan, dimethylsulfoxid, chloroform, trichlorethan, atd.

Vedle vody může vodná fáze rovněž obsahovat jiné sloučeniny, například soli, nebo i organické sloučeniny rozpuštěné ve vodné fázi. Vodná fáze může dokonce obsahovat až 60 % hmotnostních organické sloučeniny (nebo organických sloučenin), například kaprolaktamu. Přesto se v souvislosti s tímto vynálezem "vodná fáze" považuje za vodnou za předpokladu, že obsah vody v ní činí nejméně 20 % hmotnostních.

Tato vodná fáze rovněž může obsahovat soli, rozpustné ve vodě, například mezi 0,1 až 5 % hmotnostními síranu amonného.

Takto oddělená vodná fáze disperze se může izolovat prostředky, které jsou odborníkům pracujícím v daném oboru zřejmé, například odčerpáním vodné vrstvy, dekantací a podobně. Oddělenou vodnou fázi je možné recyklovat do

procesu výroby kaprolaktamu.

Příprava kaprolaktamu zahrnuje různé kroky, při kterých takové disperze vznikají. Tato skutečnost obecně znamená, že je třeba použít účinný způsob oddělování kapaliny od kapaliny. K příkladům různých kroků procesu patří oxidace cyklohexanonu, příprava hydroxylamoniových solí, proudy odebírané z hlavy a ode dna extrakčních kolon.

Příklady provedení vynálezu

Postup podle vynálezu bude v dalším blíže vysvětlen s pomocí konkrétních příkladů provedení, které jsou ovšem pouze ilustrativní, přičemž nijak neomezují rozsah tohoto vynálezu.

P ř í k l a d y

Pro dispergování vody s obsahem rozpuštěného kaprolaktamu (50 % hmotnostních) v benzenu jako organické fázi se 2 % hmotnostními z celkové směsi dispergačního prostředku pro vodnou fázi se použila míchačka Ultra-Torrax T50 s 5 000 otáčkami/minutu, ve které probíhalo dispergování po dobu 5 minut. Během 1 minuty byla tato disperze zavedena do elektrostatického koalescenčního přístroje, přičemž se pak nastavil kmitočet a napětí. V příkladech se ve všech případech použil střídavý proud a pokusy se prováděly při teplotě místnosti.

Koalescenční přístroj, použitý v příkladech 1 až 3 je schematicky znázorněn na obrázku 1. Na tomto obrázku je znázorněna izolovaná skleněná elektroda 1, skleněný plášť 2, obsahující kyselinu sírovou 3 jako vnější elektrodu,

a zdroj napětí 4 s regulátorem kmitočtu. Mezera mezi elektrodou 1 a 3 činila 1,5 centimetru.

Koalescenční přístroj, použitý v příkladech 4 a 5 je znázorněn na obrázku 2, přičemž tento přístroj tvoří termostatovaná nádoba 10, v níž byla umístěna skleněná nádoba 20 (o rozměrech 100x30x100 milimetru), která je uzavřena víkem 30, kterým procházejí dvě neizolované nerezové elektrody 40. Mezera mezi elektrodami činila 1,5 centimetru. V různých intervalech byly odebírány a analyzovány vzorky disperze.

Pokusy se prováděly při teplotě místnosti. Pro stanovení množství oddělené vody nebo koncentrace vodné fáze v disperzi, se měřil zákal podle metody "*Deutsche Einheitsverfahren C2, DIN 38404, Teil 2*", což je rovněž mírou procenta vodné fáze, která byla oddělena. Stupeň zákalu byl vztažen k procentu vody, které bylo odděleno, pomocí kalibrační křivky.

P ř í k l a d y 1 a ž 3

Příklady 1 až 3 byly provedeny stejným způsobem jako bylo popsáno výše, přičemž kmitočet činil 50 Hz a elektrické pole bylo sinusové. Napětí se měnilo tak jak je uvedeno v tabulce I, kde jsou rovněž uvedeny odpovídající výsledky oddělování.

Tabulka I

Příklad	Napětí (V/cm)	% hmotnostní oddělená po 1 min.	% hmotnostní oddělená po 5 min.	% hmotnostní oddělená po 10 min
1	733	15	40	51
2	3333	42	68	80
3	6666	60	88	90

Tabulka I zřetelně ukazuje, že čím je vyšší napětí, tím jsou lepší a úplnější výsledky oddělení.

P ř í k l a d y 4 a 5

Tyto příklady byly prováděny jak je popsáno výše, přičemž kmitočet činil 50 Hz a napětí se měnilo jak je uvedena v následující tabulce. Napěťové pole bylo sinusové. Výsledky jsou v tabulce II.

Tabulka II

Příklad	Napětí (V/cm)	% hmotnostní oddělená po 1 min.	% hmotnostní oddělená po 5 min.	% hmotnostní oddělená po 10 min
4	733	48	70	73
5	2067	62	91	92

P o r o v n á v a c í p ř í k l a d A

Vzorek disperze z příkladu ??? se nalil do válcovité nádoby, načež byl ponechán usazování bez použití elektrické koalescence. Po 1 minutě se oddělilo jen 6 % vodné vrstvy, po 5 minutách to bylo 9 % a po 10 minutách jen 12 %.

Tento vynález byl popsán s odkazem na jeho specifická provedení, avšak rozsah a šíře jeho právních důsledků za platných patentových zákonů jsou omezeny pouze formulováním následujících patentových nároků.

Seznam vztahových značek

- 1 - izolovaná skleněná elektroda
- 2 - skleněný plášť
- 3 - kyselina sírová
- 4 - zdroj napětí

- 10 - termostatovaná nádoba
- 20 - skleněná nádoba
- 30 - víko skleněné nádoby
- 40 - nerezové elektrody

PROJEKT VŠETČKA
SVOJÍ
120 00 00 00 00 00 00 00

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob rozdělování disperze z výroby kaprolaktamu, která má kontinuální organickou fází a dispergovanou vodnou fází, vyznačující se tím, že se na disperzi aplikuje elektrostatická koalescence při elektrickém poli alespoň 500 Volt na centimetr a o kmitočtu alespoň 5 Hz, čímž se vyvolá tvorba oddělené vodné vrstvy.
2. Způsob podle nároku 1, vyznačující se tím, že se použije elektrické pole alespoň 1 000 Volt na centimetr.
3. Způsob podle nároku 2, vyznačující se tím, že se použije elektrické pole alespoň 5 000 Volt na centimetr.
4. Způsob podle nároku 3, vyznačující se tím, že se použije elektrické pole alespoň 10 000 Volt na centimetr.
5. Způsob podle některého z nároků 1 až 4, vyznačující se tím, že kmitočet činí nejméně 20 Hz.
6. Způsob podle nároku 5, vyznačující se tím, že kmitočet činí nejvýše 500 Hz.
7. Způsob podle některého z nároků 1 až 6, vyznačující se tím, že množství vodné fáze činí nejvýše 5 % hmotnostních spojeného celkového obsahu kapalných fází.
8. Způsob podle některého z nároků 1 až 7, vyznačující se tím, že organickou fází je benzen.

9. Způsob podle některého z nároků 1 až 8, vyznačující se tím, že dispergovanou fází je voda.

10. Způsob podle nároku 9, vyznačující se tím, že dispergovaná fáze obsahuje až 60 % hmotnostních kaprolaktamu.

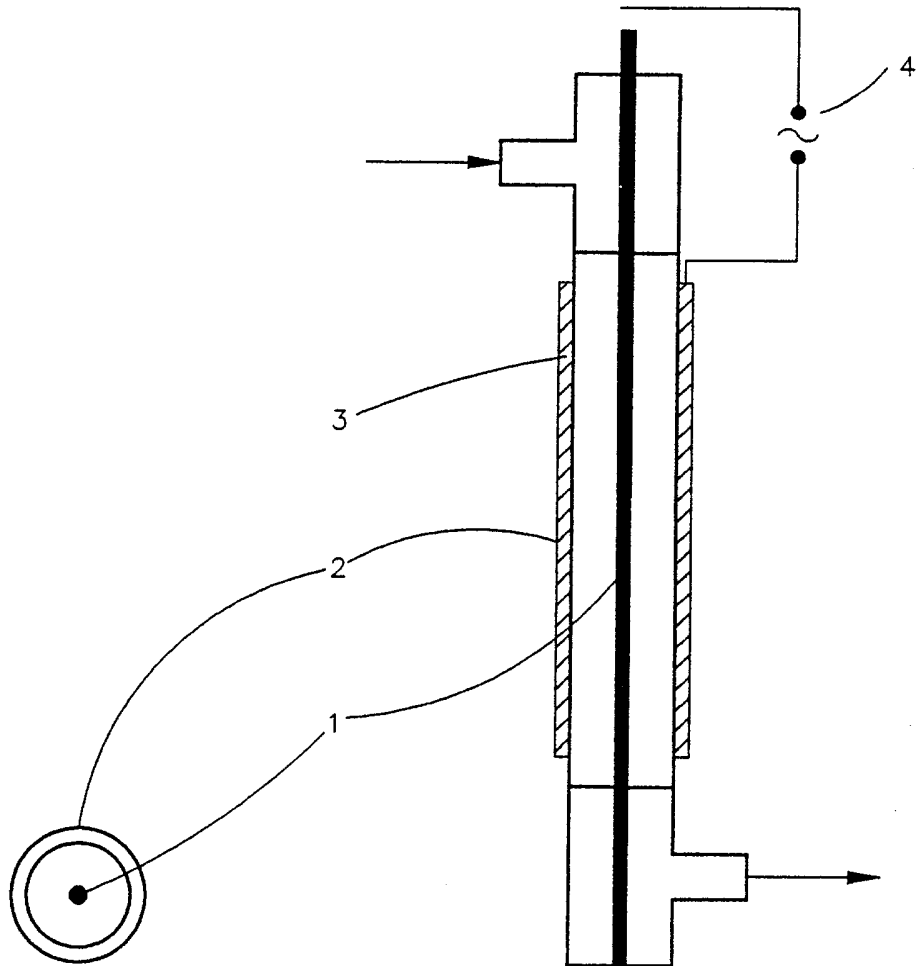
11. Způsob podle nároku 9, vyznačující se tím, že dispergovaná fáze obsahuje mezi 0,1 a 5 % hmotnostními síranu amonného.

Zastupuje :

Dr. Miloš Všetečka

15.01.99

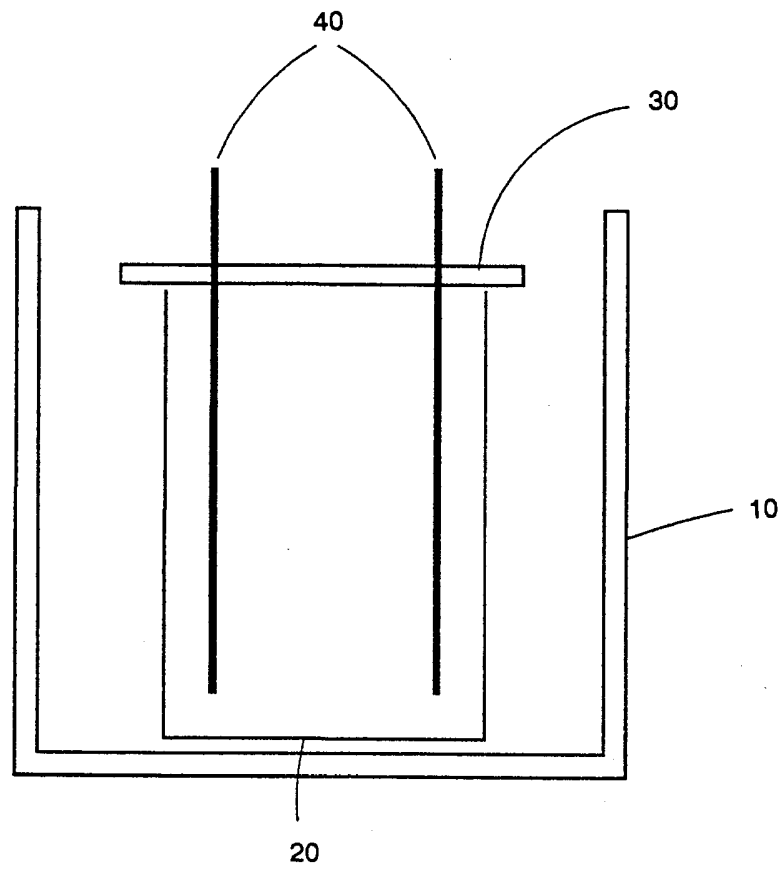
138-99



obr. 1

15.01.99

138-99



obr. 2