



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105228951 B

(45)授权公告日 2018.09.25

(21)申请号 201380076753.4

(22)申请日 2013.05.22

(65)同一申请的已公布的文献号

申请公布号 CN 105228951 A

(43)申请公布日 2016.01.06

(85)PCT国际申请进入国家阶段日

2015.11.20

(86)PCT国际申请的申请数据

PCT/CN2013/076056 2013.05.22

(87)PCT国际申请的公布数据

W02014/186954 EN 2014.11.27

(73)专利权人 科思创德国股份公司

地址 德国勒沃库森

(72)发明人 A.佐佩 J.比特纳 T.莱迪希

F.斯蒂芬斯 K.维尔纳

T.鲁诺夫斯基

(74)专利代理机构 中国专利代理(香港)有限公司
72001

代理人 张宇腾 林森

(51)Int.Cl.

C01B 7/07(2006.01)

C01B 7/075(2006.01)

(56)对比文件

CN 102527068 A, 2012.07.04,

CN 101663233 A, 2010.03.03,

CN 102666371 A, 2012.09.12,

审查员 强婧

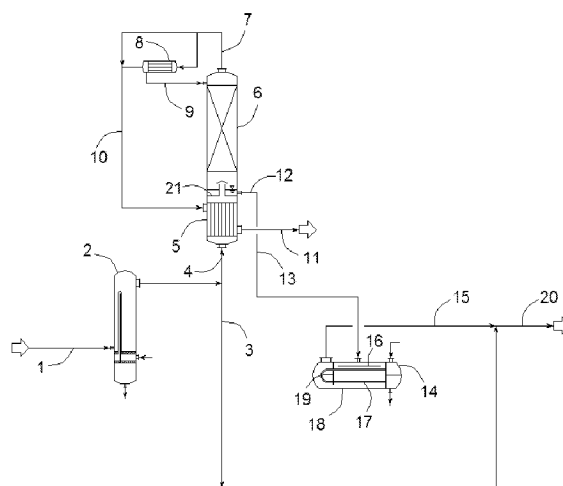
权利要求书2页 说明书7页 附图3页

(54)发明名称

用于通过分馏纯化原料气体的方法

(57)摘要

本发明涉及用于通过分馏纯化原料气体的方法。具体地,本发明涉及用于清洁具有溴的氯气的方法。



1. 用于通过分馏清洁具有污染物的原料的方法,使用该方法将原料分成具有高纯度的气体的物流和具有低纯度的气体的物流,污染物具有比原料更高的沸点并且污染物中的至少一种是爆炸性物质,所述方法的特征在于以下步骤:

I. 在第一蒸发器中蒸发原料以产生原料气体,或提供来自供应源的原料气体,

II. 将原料气体引入洗涤塔,在其中用于减少污染物含量的洗涤液体滴流向所述气体,

III. 在洗涤塔顶部移除并部分冷凝以这种方式纯化的原料气体,将冷凝物作为洗涤液体引导回洗涤塔顶部并且剩余的原料气体从洗涤塔流出,所述气体表现出比步骤I中的原料气体更低的污染物含量,

IV. 洗涤液体作为液体物流在洗涤塔底部流出,洗涤液体表现出比在步骤II中更高的污染物含量,

V. 将洗涤液体从上部引入

具有水平管的第二蒸发器的壳程,洗涤液体在那里进入蒸发器的管束并在其到达蒸发器的底部之前完全蒸发,或

具有垂直布置的管子的第二蒸发器的管子中,洗涤液体在到达蒸发器底部之前已经在管子内完全蒸发,气体出口布置在蒸发器底部,或

具有垂直布置的管子的第二蒸发器的管子中,洗涤液体在到达蒸发器底部之前已经在管子内完全蒸发,导送蒸气使得其再次向上流过管子的单独部分,由此被过热并且可以在装置的上侧离开;

VI. 以并流流动的方式引领由洗涤液体生成的蒸气和尚未蒸发的洗涤液体,

VII. 由洗涤液体生成的蒸气作为气体物流从第二蒸发器流出,所述气体表现出比步骤I中的原料气体更高的污染物含量。

2. 根据权利要求1的方法,其特征在于将所述原料完全蒸发以产生原料气体。

3. 根据权利要求1或2的方法,其特征在于将洗涤液体从上部引入具有水平管的第二蒸发器的壳程,且在由洗涤液体生成的蒸气在步骤VII中作为气体物流流出之前,在额外的步骤VI.a中,所述蒸气通过挡板被重新定向,由此在所述挡板的另一侧上再次流过第二蒸发器,使得气体物流在步骤VII中通过在第二蒸发器顶部的出口流出。

4. 根据权利要求3的方法,其特征在于以这样的方式将所述挡板布置在第二蒸发器的管束中,使得由洗涤液体生成的蒸气在重新定向之后在其至第二蒸发器顶部的出口的途中再次流过管束并由此在其在步骤VII中作为气体物流流出之前使其过热。

5. 根据权利要求1或2的方法,其特征在于将洗涤液体从上部引入具有水平管的第二蒸发器的壳程,且具有低纯度的液体物流在步骤V中在进入第二蒸发器的壳程之后,撞击在板上,并由此散布在蒸发器的管束上。

6. 根据权利要求5的方法,其特征在于在步骤V中,在第二蒸发器的壳程中的板已经被穿孔。

7. 根据权利要求1或2的方法,其特征在于所述原料是氯并且所述污染物是溴和 NCl_3 。

8. 根据权利要求1或2的方法,其特征在于在进入洗涤塔之前,导送原料气体使其通过同流换热器,在所述同流换热器中所述原料气体被冷却,并且在同流换热器的另一侧,引导在洗涤塔顶部冷凝后剩余的经纯化的气体物流并使其过热。

9. 根据权利要求8的方法, 其特征在于将所述洗涤塔布置在所述第二蒸发器之上, 仅将来自第一蒸发器的原料气体部分引导入洗涤塔和同流换热器, 而将原料气体的剩余部分直接与来自第二蒸发器的具有低纯度的气体物流混合, 在流过装置的过程中产生的具有低纯度的气体物流的压力损失由塔底与第二蒸发器之间的连接管线的充装液体的垂直部分补偿。

10. 根据权利要求1的方法, 其特征在于仅使第一蒸发器中的原料部分蒸发, 并且将原料的经蒸发的部分导送入洗涤塔, 将在塔中滴流向所述原料的经蒸发的部分的洗涤液体导送入第一蒸发器, 并且从那里连同原料的未蒸发部分到达第二蒸发器。

11. 根据权利要求10的方法, 其特征在于在进入洗涤塔之前, 导送原料气体使其通过同流换热器, 在所述同流换热器中所述原料气体被冷却, 并且在同流换热器的另一侧, 引导在洗涤塔顶部冷凝后剩余的经纯化的气体物流并使其过热。

用于通过分馏纯化原料气体的方法

[0001] 摘要

[0002] 本发明涉及用于通过分馏纯化原料气体的方法。具体地,本发明涉及用于清洁具有溴的氯气的方法。

[0003] 描述

[0004] 当出于生产化学产品的目的使用原料气体时,加之于各自的原料气体的纯度要求通常随产品而不同。

[0005] 例如,氯在异氰酸酯或聚碳酸酯的生产中用作原料。氯通常被溴污染,在生产某些异氰酸酯的情况下,必须将溴从氯中几乎完全除去。这需要的努力是相当大的,因为仅在困难的情况下可将氯和溴彼此分离。

[0006] 另一方面,关于氯中的溴含量,用于生产聚碳酸酯的方法通常更具耐受性。在化工厂中,通常从原料的共用来源,例如通过管网供应全厂的原料储存罐供应氯。因此,纯化氯的努力必须与具有加之于氯的最高纯度要求的产品一致。

[0007] 因此对于更耐受溴(bromine-tolerant)的方法,不必要地招致了高支出,这是因为也对该方法供应了清洁的氯。此外,一些原料(氯)与分离的溴一起被丢弃,导致原料的损失。

[0008] 在原料(氯)的纯化过程中,还将注意的是源自电解过程的氯通常含有三氯化氮(NCl_3)作为高沸点污染物。由于 NCl_3 是在相对高浓度下具有自发分解的趋势的爆炸性物质,必须安全地限制其在氯中的最高浓度。本发明意义上的爆炸性物质是 NCl_3 以及具有GHS代码GHS01(GHS,联合国采用的全球化学品统一分类和标签制度)和/或根据欧洲国际道路运输危险货物协定(ADR)的危险材料等级1和/或5.2的所有物质。具体地,本发明意义上的爆炸性物质是那些上面提到的物质,其相比于待纯化的原料是高沸点的,即在其它方面相同的条件下具有较低的蒸气压。

[0009] 在出于纯化氯的目的通过蒸馏的分馏过程中,根据作为高沸点组分的 NCl_3 的低蒸气压,使 NCl_3 连同溴在塔的底部富集。然后在塔的顶部排出贫溴、低沸点的氯馏分。

[0010] 现在如果对底部馏分的要求低,以这样的方式设计分馏,使得仅产生小的底部物流和相应地大的顶部物流。然而这同时表示 NCl_3 在底部馏分中的比例升高并且可能落入构成安全风险的范围。

[0011] 现在如果需要同样以气态形式提供底部馏分,必须将所述馏分蒸发。在该蒸发过程中,较低沸点的组分将首先进入气相,并且高沸点组分将首先留在液相中。在该过程中, NCl_3 还将在剩余液相中进一步富集,使得安全风险进一步上升。

[0012] 现有技术中许多用于纯化氯的方法是已知的,在所述方法的过程中将溴除去。

[0013] 例如,EP 1 947 054 A1公开了溴与氯的分离,其中将氯气的物流自下而上引导通过洗涤塔,在其中在顶部装载的液体氯滴流向所述物流。在底部供应的物流与在顶部装载的物流必须为1/1至1/0.3的比率。该方法可以应用于生成经纯化的、贫溴的氯气物流和氯的液体富溴物流,这两个物流的质量流量比率非常受限。因此所述方法不适合现代化工厂的灵活性需求。此外,未给出如何可以由液体物流产生气态物流的描述。由于严格的安全要

求,该琐碎的步骤本身非常复杂并且必须适当地进行设计。

[0014] WO 2011/058069 A2公开了用于氯物流的蒸馏纯化的方法。在该方法中,生成了作为经纯化的物流的具有小于20 ppm溴的气态氯以及氯的液体含溴物流。已经以这样的方式设计该方法,使得已经减少了对于管道和外部冷凝器的努力。此外,获得了另外的安全性,这是因为同时也降低了液体氯、溴和 NCl_3 的滞留量。

[0015] 然而WO 2011/058069 A2既未公开对在底部供应的氯物流与在顶部装载的氯物流的比率的限制,也未公开是否或如何可以任选地将氯的液体物流转化成氯的气态物流。

[0016] WO 2004/018355 A1公开了方法和器件以将溴与氯气分离。将气体导送至蒸馏塔中,从所述蒸馏塔中将经纯化的氯气的物流作为顶部产品取出。将经纯化的气体物流压缩并随后引导入冷凝器并部分液化。冷凝器已经与蒸馏塔的底部蒸发器热集成。将离开塔的液体富溴底部物流吹扫(purged)至或导送至随后的蒸发器中并蒸发。

[0017] 对来自该蒸发器的气态物流在第二蒸馏塔中进行进一步纯化。从后者中,高度含溴的液体物流从底部蒸发器被排放。在顶部,气体物流流出,将其引导回进入第一塔。

[0018] 然而,WO 2004/018355 A1没有解决与含 NCl_3 的氯物流的蒸发有关的特别的安全问题。

[0019] 从现有技术的缺点出发,由此提出目标,即提供用于清洁具有不期望组分的原料气体的方法,克服了现有技术的缺点的方法,所述不期望组分具有比原料气体更高的沸点。特别地,在根据本发明的方法的情况下,相比于现有技术,纯化努力将被降低并且安全问题将被避免,所述安全问题由已经富集有污染物的原料气体的物流中的一种爆炸性物质或几种爆炸性物质的富集引起。

[0020] 通过具有权利要求1的特征的方法实现该目标。另外,优选的配置将存在于从属权利要求中。

[0021] 因此,本发明提供

[0022] 用于通过分馏清洁具有污染物的原料的方法,使用该方法将原料分成具有高纯度的气体物流和具有低纯度的气体物流,所述污染物具有比原料更高的沸点并且污染物中的至少一种是爆炸性物质,所述方法的特征在于以下步骤:

[0023] I. a) 在第一蒸发器中将原料完全蒸发以产生原料气体,或

[0024] b) 在第一蒸发器中将原料部分蒸发以产生原料气体,或

[0025] c) 提供来自供应源的原料气体,

[0026] II. 将原料气体引入洗涤塔,在其中用于减少污染物含量的洗涤液体滴流向所述气体,

[0027] III. 在洗涤塔顶部取出并部分冷凝以这种方式纯化的原料气体,将冷凝物作为洗涤液体引导回洗涤塔顶部并且剩余的原料气体从洗涤塔流出,所述气体表现出比步骤I中的原料气体更低的污染物含量,

[0028] IV. 洗涤液体作为液体物流在洗涤塔底部流出,洗涤液体表现出比在步骤II中更高的污染物含量,

[0029] V. 将洗涤液体从上部引入具有水平管的第二蒸发器的壳程,洗涤液体在那里进入蒸发器的管束并在其到达蒸发器的底部之前蒸发,

[0030] VI. 以并流流动方式引领由洗涤液体生成的蒸气和尚未蒸发的洗涤液体,

[0031] VI.a. 任选地,在本发明的优选实施方案中,通过挡板使由洗涤液体生成的蒸气重新定向,由此所述蒸气在所述挡板的另一侧上再次流过第二蒸发器,

[0032] VII. 在包括步骤VI.a的优选实施方案中,由洗涤液体生成的蒸气在第二蒸发器的顶部,作为气体物流从第二蒸发器流出,所述气体表现出比步骤I中的原料气体更高的污染物含量。

[0033] 在替代的I.c)中,步骤II中使用的原料气体源自不同于第一蒸发器的来源,例如来自作为供应源的原料气体储存。这样的供应源的其它实例将为用于生产原料气体的方法;在氯作为原料气体的情况下,例如是氯-碱电解或Deacon法。在这些情况下,第一蒸发器将不再是必需的。

[0034] 由洗涤液体生成的蒸气和尚未蒸发的洗涤液体在第二蒸发器中的并流流动引领也可以通过已经布置在蒸发器底部的气体出口获得,或通过垂直布置的管子中蒸发获得,其中通过将气体出口布置在蒸发器底部迫使生成的蒸气和洗涤液体自上而下并流流动。

[0035] 在这一点上,将通过在本发明意义上的术语“纯化”,来理解污染物含量的降低。

[0036] 具体地,就原料而言,其为氯的问题,并且就污染物而言,其为溴和 NCl_3 的问题,但是所述方法不限于这些物质。

[0037] 凭借根据本发明的用于通过分馏纯化原料气体的方法,通过根据本发明的分馏生成具有低污染物含量的经纯化的原料气体的物流和具有较高污染物含量的另外的原料气体的物流。通过两步蒸发实现根据本发明的分馏。

[0038] 凭借两步蒸发,降低了纯化努力,因为不必须纯化全部的原料气体。此外,根据本发明的方法涵盖大范围的具有低污染物含量的原料气体与具有高污染物含量的原料气体的质量流量比率。此外,根据本发明的方法是非常灵活的,因为它能够根据需要将来自步骤I的原料气体还分成非常大比例的根据步骤III的经纯化的原料气体和相应的小比例的根据步骤VII的具有相对高的污染物含量的原料气体。具有低污染物含量的原料气体的物流与具有高污染物含量的原料气体的物流的比率可位于0.1-100,优选0.1-10的范围。该高度灵活性来源于第二蒸发器的操作模式,因为凭借对洗涤液体的蒸气和尚未蒸发的洗涤液体的并流流动引领,可以在那里控制爆炸性物质的富集。此外,由此避免了由于具有高污染物含量的原料气体的物流中的爆炸性物质的富集产生的安全问题。

[0039] 凭借根据本发明的分馏,可以将原料分成两个等级:具有低污染物含量和具有较高污染物含量。在这一点上,两个馏分的规模(size)与对相应生产方法的原料的要求一致。

[0040] 在本发明的第一实施方案中,将液体、受污染的原料从原料储存罐中取出并导送至第一蒸发器中,在所述第一蒸发器中完全蒸发所述原料并使其过热。在所述方法的该阶段,没有分馏发生。

[0041] 然后,将现在是气态、仍受污染的原料导入洗涤塔的较低部分,其中作为洗涤液体的液体原料滴流向所述气态、仍受污染的原料。洗涤塔可以已经配备有塔盘、散堆填料或规整填料。在其中不将全部的气态、受污染的原料纯化的情况下,可以仅将其部分引导入洗涤塔;然后在与根据步骤VII的具有较高的污染物含量的气体物流混合之后,将剩余部分直接传送入用于分配原料的管网。一方面,洗涤液体将气态原料冷却至露点,并且另一方面,从原料气体的物流带走至少一些污染物,所述污染物具有比原料更高的沸点。因此,所述物

流在流过塔的过程中被纯化,并且在塔的顶部作为气态原料馏分流出,由此在该原料馏分中的污染物含量再次低于进入洗涤塔之前的原料的污染物含量。可以通过冷凝一些具有较低的污染物含量的原料馏分来生成用作洗涤液体的液体原料,并且可以在塔的顶部将其装载。因此,以气态形式从冷凝器流出的具有较低的污染物含量的剩余原料馏分被进一步纯化。但替代地,也可以作为液体原料的单独物流,例如从上述原料储存罐供应洗涤液体。在该情况下可以将来自塔顶的具有较低的污染物含量的气态原料馏分或以气态形式从冷凝器流出的具有较低的污染物含量的剩余的原料馏分在同流换热器中与在底部引入塔的气态原料热集成。因此,可以使具有较低的污染物含量的原料馏分过热并且可以使进入塔的气态原料冷却。这带来了洗涤液体的物流的减少和因此能量上和经济上有利的方法。如果将同流换热器集成到塔中,可以另外降低洗涤塔和它的外部设备建设的空间需要和由此的投资成本。

[0042] 将洗涤液体作为具有相对高的污染物含量的液体原料馏分从塔的底部排出并从上部引导入第二蒸发器。在该蒸发器中,液体在水平加热管的外表面上滴流并由此蒸发。但是所述液体也可以在垂直布置的管子内滴流。已经以这样的方式设计蒸发器,使得洗涤液体的液体原料在到达蒸发器底部之前已经完全蒸发。因此,确保了高度富集有一种或多种爆炸性物质的液体原料在任何地方都不能够不受抑制的积聚并成为安全风险。引导来自洗涤液体的蒸发原料与尚未蒸发的洗涤液体并流流动,使得没有额外的过度分馏以及由此凭借对蒸气和液体的可能的逆流引领可能发生的爆炸物在尚未蒸发的液体中的富集。

[0043] 为了加强配备有水平加热管的装置中的并流流动,优选将挡板插入到装置中。因此,蒸气被引领入蒸发器的底部,围绕挡板导送,并且然后在其另一侧上向上流过管束,被过热,并且在蒸发器的上侧离开蒸发器。优选将挡板布置在管束中,即所述挡板具有间隙,管子通过所述间隙延伸。在其中装置已经构造有垂直布置的管子(其中洗涤液体与蒸气在管子中自上而下流动)的情况下,蒸气被自动引领进入蒸发器的底部,并且然后可以被直接导送入位于底部的出口管嘴,或者可以再次向上流过管子的单独部分,由此被过热并且可以在装置的上侧离开。

[0044] 在本发明的第二实施方案中,同样地将液体原料从原料储存罐取出并导送入第一蒸发器,但仅使其部分蒸发。在该蒸发器上已经直接安装了蒸馏塔,在其中液体原料滴流向经蒸发的原料。蒸馏塔可以已经配备有塔盘、散堆填料或规整填料。设施的剩余结构与本发明的第一实施方案的描述相同。

[0045] 为了尽可能地以能量节约和因此资源节约的方式操作分馏,仅将部分具有相对高的污染物含量的气态原料导送入洗涤塔可能是合理的。将剩余部分直接旁通至在其中它与来自第二蒸发器的具有较高的污染物含量的经蒸发的原料馏分混合的装置,并且然后送入用于分配原料目的的管网。由于相比于具有较高的污染物含量的剩余气态原料,已经导送来自第二蒸发器的原料馏分使其通过额外的装置,因此必须补偿该过程中产生的压力损失。为此,使用塔底与第二蒸发器的入口管嘴之间的管线。将塔布置在第二蒸发器之上,使得在塔底与第二蒸发器的入口管嘴之间的管道中可以形成液体压头,从所述液体压头补偿了压力损失。

[0046] 替代地,也可以通过用于减压的器件获得压力均衡,将所述器件并入具有相对高的污染物含量的旁路原料馏分的管线。

[0047] 替代地,还可以将气态原料的旁路部分与来自塔顶或来自冷凝器出口的具有低污染物含量的原料馏分混合。因此,尽管纯化效果被削弱,但如果塔的气体 and 液体负荷不会改变和/或塔的纯化效果大于必需的,这可以是合理的。

[0048] 在下文中,将通过实施例阐明本发明,而不将其限制于所述实施例。

实施例

[0049] 实施例1

[0050] 在实施例1中,在图1的基础上,将描述根据本发明的第一实施方案的根据本发明的方法,即在液体原料在第一蒸发器中的完全蒸发的情况下,原料是氯。

[0051] 将含有溴和 NCl_3 作为污染物的氯的液体物流1引导入配备有插管(bayonet tube)的第一蒸气加热蒸发器2,使其完全蒸发并过热,并且作为之后的氯的经蒸发的物流1(对应于氯气的物流1)从蒸发器2流出。首先使氯的物流1的部分3(对应于氯气的物流3)分支出来。将氯的经蒸发的原始物流1的剩余部分(对应于氯气的物流4)导送入同流换热器5的管程。以这样的方式将氯气的物流1分成氯气的物流3和导送入同流换热器的氯气的物流4,使得尽可能以能量节约和因此资源节约的方式操作分馏。这通过用最低可能量的洗涤液体9纯化氯气的物流4完成。由从塔流出的负载溴和负载 NCl_3 的洗涤液体12中出于安全原因可以耐受的 NCl_3 的最大浓度给出该量。在同流换热器5中,氯气的物流4被冷却,并且此后到达洗涤塔6,在其中来自回流9的液体氯(对应于洗涤液体9)滴流向所述氯气的物流4。在该洗涤液体9中,低挥发性组分溴和 NCl_3 富集,即污染物的含量在洗涤液体9中增加。洗涤塔6和同流换热器5已经直接安装在彼此上,其代表了关于投资成本的特别经济的解决方案。它们已经被升气管塔盘(chimney tray)21彼此分开。来自同流换热器的氯气的物流4通过升气管进入塔;从塔盘排出已经向下滴流的洗涤液体9。出于改进传质的目的,洗涤塔已经配备有散堆填料或有规整填料或有塔盘。已经以这样的方式设计所述塔,使得它根据需要的规格从蒸气物流中除去溴。蒸气作为氯气的物流7在顶部离开洗涤塔。在冷凝器8中,冷凝氯气的物流7的部分9,并将其作为回流或洗涤液体9再次向洗涤塔传送。凭借冷凝器8中的冷凝,进行对氯气的物流7的未冷凝部分10(对应于氯气的物流10)的进一步纯化。将该氯气的物流10引导入同流换热器5的壳程,通过在管中流动的氯气的物流4使其过热,并根据需要的规格作为氯气馏分11提供给随后的工艺,并相比于氯气的物流1表现出更低的溴和 NCl_3 含量,即相比于氯气的物流1更贫含污染物。

[0052] 在升气管塔盘21上的洗涤塔的底部中收集负载溴和负载 NCl_3 的洗涤液体12并使其在那流出。由于 NCl_3 在与氯的混合物中明显比溴挥发性更小,几乎全部的 NCl_3 从氯气的物流1出去进入洗涤液体12。经由管道将负载的洗涤液体12引导入第二蒸气加热蒸发器14。将洗涤塔布置在第二蒸发器之上,使得在升气管塔盘21与第二蒸发器14之间存在高度差。因此,连接管道由垂直管段(piece)13组成,并且其已经由其它管段连接至塔和至第二蒸发器14。负载的洗涤液体12在蒸发器14中蒸发并作为富溴的氯气15,即具有比氯气的物流1更高的溴含量的氯气流出。

[0053] 因此,由于分馏的能量节约操作,相比于氯气的物流1表现出低的溴和 NCl_3 含量的贫溴和贫 NCl_3 的氯气11的部分是大的,并且已经富集有溴和 NCl_3 的负载的洗涤液体12的部分是小的,已经几乎完全在小的富溴和富 NCl_3 的洗涤液体12中富集的 NCl_3 导致升高的安全

风险。如果负载的洗涤液体12形成的该液体氯的物流蒸发,液相中直到蒸发完成为止存在的 NCl_3 浓度将进一步上升,因为 NCl_3 作为高沸点组分优先地保留在液体中。因此在装置14中的蒸发的过程中,采取下文中描述的特殊安全预防措施。

[0054] 将负载的洗涤液体12从上部引导入蒸发器14,并首先在那里撞击在穿孔板16上,所述穿孔板16将洗涤液体的物流12散布在蒸发器的管束17上。以这样的方式设计管束17,使得全部物流在其到达蒸发器的底部18之前已经蒸发。因此,确保了在同一地点从不出现高 NCl_3 浓度和相对大量的含 NCl_3 液体。因此显著降低蒸发过程中的安全风险。通过挡板19将经蒸发的物流以并流流动引导至尚未蒸发的液体,以防止由未抑制的逆流造成的过度的 NCl_3 富集。在通过挡板19之后,蒸气再次向上流动并在蒸发器14的上侧作为富溴的氯气15流出。

[0055] 将氯气的物流3与该氯气的富溴物流15混合,并且然后作为富溴的气体馏分20提供给随后的工艺。

[0056] 由于将氯气的物流15比氯气的物流3引导通过了更多的装置,必须补偿流过这些装置的过程中产生的氯气的物流15的压力损失。为此,已经在塔底和进入第二蒸发器的入口之间的管道中提供垂直管段13。为了补偿压力损失,以这样的方式设计垂直管段13,使得从塔底排出的负载溴和负载 NCl_3 的洗涤液体12能够形成液体压头。然后该液体压头的高度根据待补偿的压力损失进行自适应。

[0057] 实施例2

[0058] 在实施例2中,在图2的基础上,将描述根据本发明的第二实施方案的根据本发明的方法,即在液体原料在第一蒸发器中的部分蒸发的情况下,对应于本发明的第一实施方案,原料是氯,并且之后的蒸馏塔已经被直接安装在第一蒸发器上。

[0059] 将含有溴和 NCl_3 作为污染物的氯的液体物流1引导入第一蒸气加热蒸发器2并部分蒸发。然后将氯的气状物流1(对应于氯气的物流1)引导入直接位于蒸发器2之上的蒸馏塔3,在所述蒸馏塔3中液体氯作为洗涤液体6滴流向所述氯的气状物流1。由此,低挥发性组分溴和 NCl_3 在洗涤液体6中富集。为了改善传质,蒸馏塔3已经配备有散堆填料或有规整填料或有塔盘。已经以这样的方式设计所述塔,使得其根据需要的规格从氯气的物流1除去溴。蒸气作为氯气的物流4在顶部离开蒸馏塔3。在冷凝器5中,冷凝一些氯气的物流4并将其作为回流6向蒸馏塔3传送。该回流6形成洗涤液体6并作为液体在蒸馏塔3中滴流向上升的氯气的物流1。凭借冷凝器中的冷凝,进行对氯气的剩余物流7的进一步纯化。将所述物流根据需要的规格作为氯气馏分7提供给随后的工艺,并相比于氯气的物流1其表现出更低的溴和 NCl_3 含量。

[0060] 负载溴和负载 NCl_3 的液体8从蒸发器2的底部流出。由于 NCl_3 在与氯的混合物中明显比溴挥发性更小,几乎全部的来自氯气的物流1的 NCl_3 进入液体氯的物流8。所述物流8在随后的蒸气加热的降膜蒸发器9中蒸发,并作为富溴的氯气馏分10提供给随后的工艺。

[0061] 现在如果消耗氯的方法需要大部分的贫溴的氯,即具有比氯气的物流1更低的溴含量的氯和小部分的富溴的氯,即具有比氯的物流1更高的溴含量的氯,全部的 NCl_3 在小的富溴的氯馏分8中富集,导致升高的安全风险。如果该液体氯的物流8蒸发,液相中直到蒸发完成为止存在的 NCl_3 浓度将进一步上升,因为 NCl_3 作为高沸点组分优先地保留在液体中。因此在降膜装置9中的蒸发的过程中,采取下文中描述的特殊安全预防措施。

[0062] 将液体氯的物流8从上部引导入蒸发器9,并首先在那将其分配至上管板(tube sheet)11,所述上管板11将液体氯的物流8分配至管子12。应该以这样的方式设计管子12,使得全部物流在它到达蒸发器9的底部13之前已经蒸发。因此,确保了在同一地点从不出现高 NCl_3 浓度和相对大量的含 NCl_3 液体。因此显著降低蒸发过程中的安全风险。在管子12中将经蒸发的氯的物流8以并流流动引导至尚未蒸发的液体,使得 NCl_3 不过度富集。在底部,氯蒸气流动至出口管嘴并作为富溴的氯气馏分10离开蒸发器9。

[0063] 比较例3

[0064] 在该比较例中,在图3的基础上,将描述来自现有技术的方法,其中将液体氯引导入蒸发器并随后将产生的气态氯引导入蒸馏塔。剩余的液体氯在常规蒸发器中蒸发,使得在同一地点出现高 NCl_3 浓度和相对大量的液体氯。

[0065] 将含有溴和 NCl_3 作为污染物的氯的液体物流1引导入第一蒸气加热蒸发器2并完全蒸发。将该过程中产生的氯的气状物流1(对应于氯气的物流1)导送入洗涤塔3,在所述洗涤塔3中液体氯作为洗涤液体6(其对应于回流6)滴流向所述氯的气状物流1。在该过程中,低挥发性组分溴和 NCl_3 在洗涤液体6中富集。出于改进传质的目的,洗涤塔3已经配备有散堆填料或有规整填料或有塔盘。已经以这样的方式设计所述塔,使得它根据需要的规格从氯气的物流1除去溴。然后氯气的物流1作为氯气物流4在顶部离开洗涤塔3。在冷凝器5中,冷凝一些氯气的物流4并将其作为回流6(对应于洗涤液体6)向洗涤塔3传送。凭借冷凝,进行对剩余的氯气的物流7的进一步纯化。将后者根据需要的规格作为氯气馏分7提供给随后的工艺,并相比于氯气的物流1其表现出更低的溴和 NCl_3 含量。

[0066] 负载溴和负载 NCl_3 的洗涤液体(对应于液体氯的物流8)在洗涤塔的底部中流出。由于 NCl_3 在与氯的混合物中明显比溴挥发性更小,几乎全部的 NCl_3 从氯气的物流1出去进入液体氯的物流8。后者在随后的蒸气加热的管束蒸发器9中蒸发并且作为富溴的氯气馏分10提供给随后的工艺。

[0067] 现在如果消耗氯的方法需要大部分的贫溴的氯和小部分的富溴的氯,全部 NCl_3 在小的富溴的氯馏分中积聚进入液体氯的物流8,导致升高的安全风险。如果液体氯的物流8蒸发,液相中直到蒸发完成为止存在的 NCl_3 浓度将进一步上升,因为 NCl_3 作为高沸点组分优先地保留在液体氯的物流8中。由于蒸发器9的管束必须覆盖有沸腾的氯以提供蒸发量(evaporation capacity),蒸发器9总是充装有液体氯。因此,在根据现有技术构造和操作的蒸发器中,在同一地点出现高 NCl_3 浓度和大量的氯。这构成特别高的安全风险,通过根据本发明的方法减小了所述安全风险。

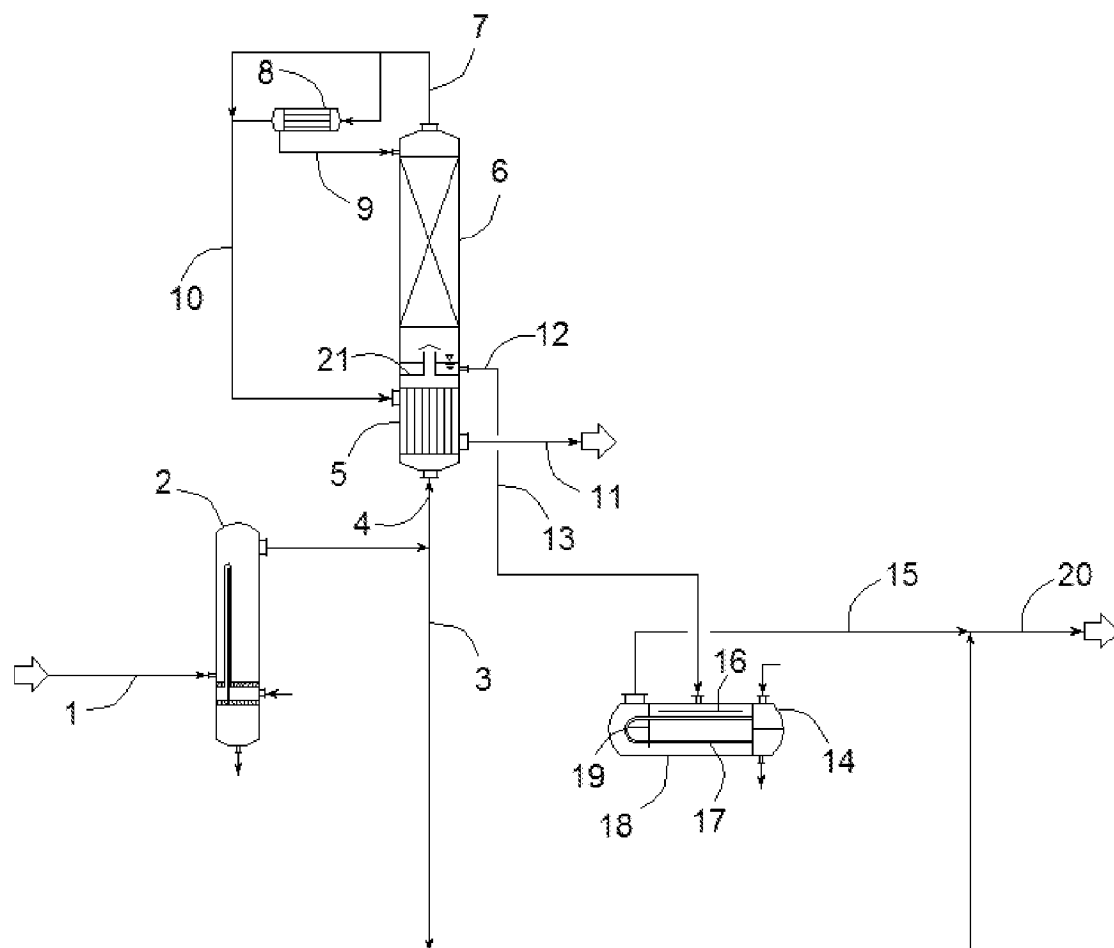


图 1

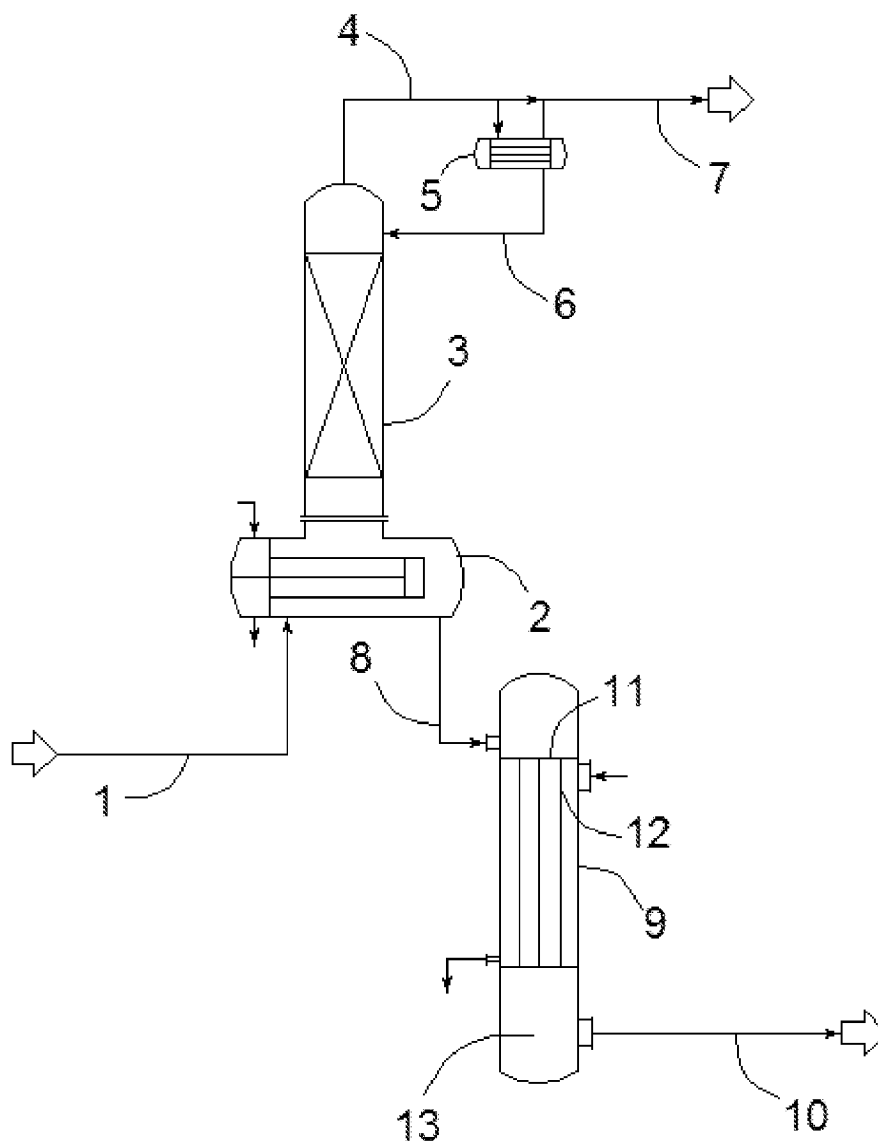


图 2

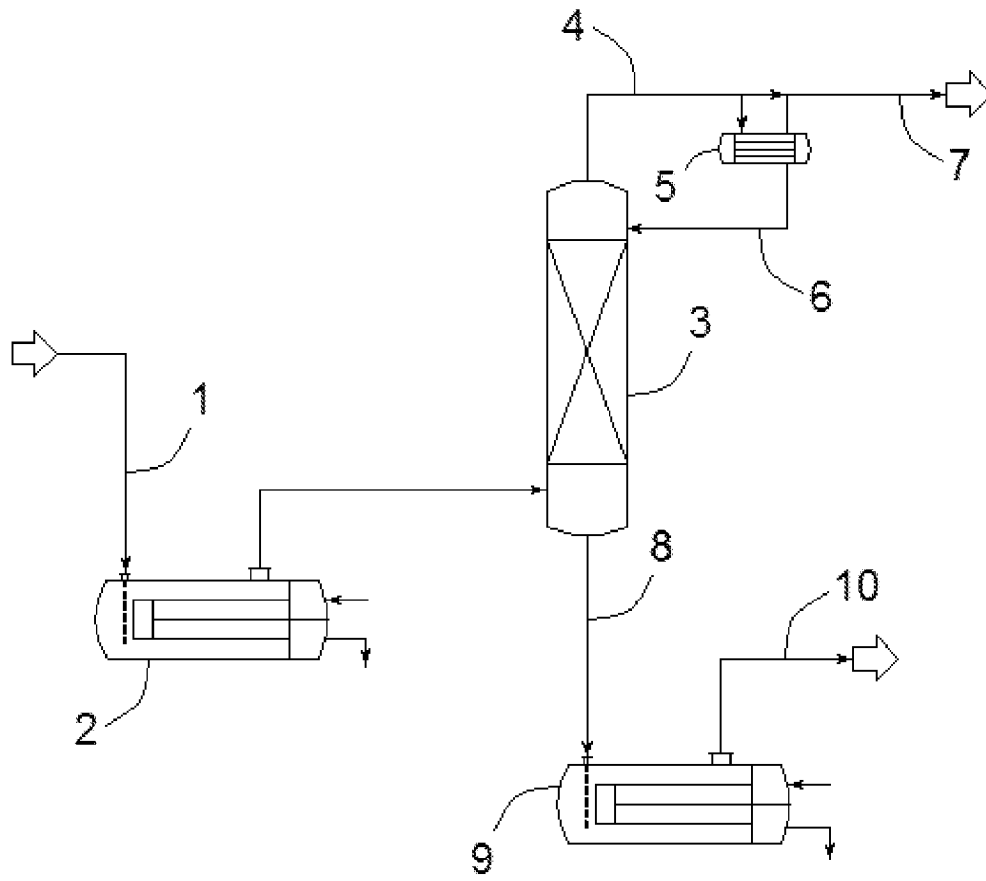


图 3 (现有技术)