



OPIS PATENTOWY

98462

Patent dodatkowy

do patentu nr _____

Zgłoszono: 26.09.75 (P. 183634)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 28.03.77

Opis patentowy opublikowano: 31.01.1979

Int. Cl.² C07C 7/14

CZYTELNIA

Urząd Patentowy
PRL - Rzeczypospolita Ludowa

Twórcy wynalazku: Józef Wróbel, Ryszard Skowronek, Jerzy Czyż, Jan Rusin, Wiesław Wiek, Franciszek Niezborala

Uprawniony z patentu: Instytut Ciężkiej Syntezy Organicznej „Blachownia”, Kędzierzyn (Polska)

Sposób wydzielania p-ksylenu z mieszaniny ksylenów

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania p-ksylenu z mieszaniny ksylenów w procesie niskotemperaturowej krystalizacji i następujących po niej operacjach płukania i rozdzielania.

Dotychczasowe sposoby wydzielania p-ksylenu na drodze krystalizacji opierają się bądź na jednostopniowej krystalizacji i przemyciu wydzielonych kryształów odpowiednimi rozpuszczalnikami bądź też na wielokrotnej krystalizacji. Sposoby te mają wiele niedogodności.

Sposoby oparte na wielokrotnej krystalizacji wymagają zwiększonej ilości energii, koniecznej do kolejnych operacji i stapiania i wychładzania.

Stosowanie do przemycania rozpuszczalników, takich na przykład jak pentan, heksan, toluen, zwiększa koszty eksploatacyjne ze względu na konieczność regeneracji i uzupełniania strat rozpuszczalników. Istotną wadą tych sposobów jest również pozostawianie części rozpuszczalnika w produkcie końcowym. Z kolei stosując do przemycania ksyleny techniczne, jak w opisie patentowym PRL nr 66109, uzyskuje się w wyniku rozdzielania bogatą w p-ksylen mieszaninę cieczy macierzystej i ksylenów technicznych co prowadzi do strat p-ksylenu i obniżenia wydajności procesu. Wspólnym niedostatkiem opisanych metod jest osiąganie czystości p-ksylenu na poziomie nie wyższym niż 95%.

2

Inne znane sposoby zapewniające otrzymanie kryształów o zawartości 98—99,5% p-ksylenu opierają się na jednostopniowej krystalizacji a następnie oddzieleniu kryształów p-ksylenu w pierwszym i następującym za nim drugim urządzeniu do rozdzielania.

W sposobach tych kryształy wydzielone na pierwszym urządzeniu rozdzielającym miesza się z częścią strumienia p-ksylenu wydzielonego na drugim urządzeniu rozdzielającym. Istotną trudnością techniczną tych sposobów jest zapewnienie sprawnej pracy pierwszego urządzenia rozdzielającego. Okazuje się, że warunki rozdzielania w tym urządzeniu, którym bywa zazwyczaj wirówka lub filtr, pogarszają się w trakcie pracy powodując zwiększenie wilgotności osadu i prowadzą w skrajnym przypadku do przerwania operacji.

W rezultacie uzyskiwany osad kryształów posiada niską zawartość p-ksylenu a ponadto zachodzi konieczność okresowego czyszczenia urządzeń. Dla poprawy warunków pracy urządzeń rozdzielających proponowano przedmuchiwanie osadu kryształów ciepłym gazem inertnym. Sposób ten, jakkolwiek efektywny, wymaga skomplikowanego rozwiązania aparaturowego, związanego z koniecznością usuwania par ksylenu z obiegu gazu i jego hermetyzacją.

Istota wynalazku polega na tym, że uzyskany w wyniku krystalizacji i separacji osad kryształów

3

p-ksylenu przemywa się częścią podgrzanego strumienia cieczy macierzystej.

Podczas płukania warstwy osadu kryształów podgrzaną cieczą niecierzystą ulegają poprawie warunki separacji a w szczególności wzrasta porowatość osadu, maleją współczynniki kształtu ziarn i obniża się lepkość fazy ciekłej. W rezultacie, po oddzieleniu cieczy płuczającej obniża się wilgotność osadu. Z drugiej strony, zawartość p-ksylenu w cieczy zaokludowanej na kryształach ulega wzrostowi w wyniku częściowego nadtopienia kryształów. Zespół tych czynników powoduje, że zawartość p-ksylenu w osadzie kryształów jest wyższa niż w osadzie otrzymanym przed płukaniem podgrzaną cieczą macierzystą. Bardzo istotną zaletą sposobu według wynalazku jest wzrost przepustowości urządzenia rozdzielającego oraz bezawaryjna praca instalacji.

Otrzymany efekt uzyskuje się w wyniku nieskomplikowanej operacji i przy użyciu prostej aparatury. Płukanie osadu prowadzi się w urządzeniu rozdzielającym podając pompą część strumienia cieczy macierzystej, ogrzanego do temperatury wyższej od temperatury płukanego osadu. Po oddzieleniu cieczy płuczającej, osad kryształów poddaje się dalszym operacjom wzbogacania według znanych sposobów. Mieszaninę cieczy macierzystej

4

i płuczającej, zawierającą małą ilość p-ksylenu odprowadza się z układu.

Przykład. Zawieszinę kryształów p-ksylenu o temperaturze — 68°C otrzymaną w wyniku krystalizacji mieszaniny ksilenów i zawierającą 9,1% wag. ciała stałego podaje się na periodyczną wirówkę filtracyjną o wymiarach bębna $\varnothing 1220 \times 430$ mm i 800 obrotów na minutę.

W wyniku odwirowania otrzymuje się 151 kg/godz. kryształów o zawartości 85,2% p-ksylenu. Filtrat zawiera 9,9% p-ksylenu. Następnie płucze się osad częścią cieczy macierzystej o temperaturze 5,2°C. Kryształy zawierały 90,1% p-ksylenu, filtrat zawierał 10,0% p-ksylenu.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wydzielania p-ksylenu z mieszaniny ksilenów przez krystalizację i następującą po niej separację i obróbkę kryształów p-ksylenu w pierwszym i dalszych urządzeniach, **znamienny tym**, że wydzielony w pierwszym urządzeniu separacyjnym osad kryształów p-ksylenu przemywa się częścią wydzielonego w tym urządzeniu, strumienia cieczy macierzystej o temperaturze wyższej niż temperatura przemycanego osadu.