



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K PATENTU

212781
(11) (B2)

(51) Int. Cl.³
B 01 J 19/04

(22) Přihlášeno 17 11 76
(21) (PV 7394-76)
(32) (31) (33) Právo přednosti od 19 11 75
(633183) Spojené státy americké
(40) Zveřejněno 31 08 81
(45) Vydáno 15 08 84

(72)
Autor vynálezu BIESER HERBERT JOSEF, DES PLAINES (Sp. st. a.)

(73)
Majitel patentu UOP INC., DES PLAINES (Sp. st. a.)

(54) Způsob separace normálních parafinů

Vynález se týká způsobu separace normálních parafinů ze směsi obsahující normální parafiny s použitím adsorbentu na bázi krystalického aluminosilikátu a desorbentu. S použitím dvoustupňové desorpce vzniká způsobem podle vynálezu produkt obsahující normální parafiny o vysoké čistotě a se sníženým množstvím aromatických nečistot.

Existuje množství prací týkajících se procesu separace, zvláště protiproudé separace na pevném loži, které jsou obvykle označovány jako způsoby simulované protiproudé separace na pevném loži, jak je popsáno například v patentu USA č. 2 985 589.

Za nejbližší předmětu vynálezu lze považovat patenty USA č. 2 985 589, 3 274 039, 3 732 325, 3 696 107, 3 723 302, 3 733 261 a 3 715 409. Všechny se týkají způsobu simulované protiproudé separace systému pevná látka — kapalina, při kterém je extrahovaná složka vstupního proudu oddělována selektivní adsorpcí na adsorbentu ve formě částic a pak se objevuje jako výstupní proud ve vyšší koncentraci než ve vstupním proudu. Každý postup obsahuje různé zóny odpovídající množství adsorbujícího materiálu, na kterém probíhají jednotlivé operace. Při každém způsobu se používá alespoň tři operačních zón: adsorpční zóna, čisticí zóna a

desorpční zóna. V adsorpční zóně se adsorbuje selektivně adsorbovaný extrahovaný materiál a pravděpodobně malé množství nečistot, zatímco méně selektivně zadržené rafinované materiály obvykle zůstávají v intersticiálních prostorech obklopujících adsorbent. Základní operací, probíhající v čisticí zóně, je čištění adsorbovaných extraktů, přítomných v adsorbentu; v adsorbentu při „průchodu“ čisticí zónou se zvýší koncentrace extrahovaného materiálu a sníží koncentrace rafinovaných materiálů. V desorpční zóně odstraňuje desorbent z adsorbentu adsorbovaný extrakt.

První z citovaných patentů se týká základní koncepce způsobu simulované protiproudé kontaktní separace systému pevná látka — kapalina, který používá pevného lože pevného adsorbentu s pohyblivými vstupními a výstupními proudy, které umožňují oddělení zón, ve kterých probíhají různé operace, za účelem rozdělení vstupního proudu na rafinovanou a extrahovanou složku.

Patent USA č. 3 274 039 zahrnuje stejný základní stupně jako první patent, ale obsahuje navíc další vstupní proud do čisticí zóny, která je umístěna mezi adsorpční zónou a desorpční zónou. Tento vstupní proud je tvořen čisticím prostředkem, tj. sloučeninou rafinátového typu (to znamená látkou, kte-

rá se na adsorbentu relativně neadsorbuje), jejíž teplota varu dovoluje oddělení destilací od výchozí rafinátové složky, a která vstupuje do procesu, aby vytlačila rafinát, který byl zachycen v prázdných prostorech mezi částicemi adsorbentu v čisticí zóně, zpět do adsorpční zóny a aby bránila průchodu výchozího rafinátu z adsorpční zóny skrze čisticí zónu do desorpční zóny, a tudíž znečišťování extrahovaného produktu výchozím rafinátem. Způsobu podle patentu USA č. 3 274 099 lze též použít pro oddělování normálních parafinů od isoparafinů.

Patent USA č. 3 732 325 zahrnuje způsob, který používá stejných základních stupňů jako první patent a adsorbentu ve formě částic pro oddělování aromatických uhlovdíků, zejména C₈ aromátů. Při způsobu podle tohoto patentu vstupuje do čisticí zóny proud obsahující extrahovaný materiál. Tento extrahovaný materiál může být získán buď z výstupu extraktu z procesu nebo z extraktu, který byl oddělen od desorbentu ve frakcionačním zařízení pro extrakt. Proud vstupující do čisticí zóny vytlačuje z prázdných prostorů mezi částicemi adsorbentu veškerý rafinát vnesený do čisticí zóny, odstraňuje výchozí nečistoty adsorbované adsorbentem a snižuje množství desorbentu, který obvykle obklopuje částice adsorbentu, nepoužije-li se zvláštního proudu vstupujícího do čisticí zóny.

Patent USA č. 3 696 107 zahrnuje způsob oddělování p-xylynu z výchozího proudu obsahujícího směs C₈ aromátů, který používá základních stupňů popsaných v prvním citovaném patentu. Při tomto způsobu se používá krystalického aluminosilikátového adsorbentu ve formě částic a dvoustupňové desorpce, přičemž první desorpční proud se v desorpční zóně uvádí v kontakt s adsorbentem a provádí tak desorpci p-xylynu z adsorbentu a druhý desorpční proud se uvádí v desorpční zóně v kontakt s adsorbentem, čímž vytlačuje desorbované p-xylyny z prázdných prostorů mezi částicemi adsorbentu. Z procesu se odvádí jeden proud obsahující extrakt.

Podle patentu USA č. 3 732 302, který zahrnuje způsob separace olefinů od parafinů s použitím základních stupňů jako v prvním citovaném patentu a adsorbentu ve formě částic, se opět používá dvoustupňové desorpce. Používá se dvou desorbujících materiálů, které oba vstupují do desorpční zóny. První desorpční materiál je v desorpční zóně uváděn v kontakt s adsorbentem a desorbuje nečistoty z adsorbentu, zatímco druhý desorpční materiál se používá k desorpci výsledných olefinů z adsorbentu obsaženého přímo v desorpční zóně. Z procesu se odvádějí dva extrahované proudy, jednak extrahované nečistoty a jednak extrahované olefiny.

Patent USA č. 3 733 261 rovněž zahrnuje způsob separace olefinů od parafinů s použitím základních stupňů prvního citované-

ho patentu. Podle tohoto způsobu desorpční materiál vstupuje do desorpční zóny na dvou místech a z procesu se odvádějí dva extrahované proudy, tj. extrahované nečistoty obsahující aromáty a desorbent a extrakt obsahující olefiny a desorbent.

Patent USA č. 3 715 409 zahrnuje způsob separace aromatických uhlovdíků, při kterém se používá čtyř zón, a který zahrnuje tyto stupně: průchod vstupního proudu obsahujícího extrahovaný materiál do čisticí zóny, kde proběhne desorpce a oddělení rafinátu; uvedení alespoň části výstupního proudu rafinátu, vycházejícího z adsorpční zóny, do tlumicí zóny, kde proběhne desorpce a oddělení desorbentu; a uvedení vstupního proudu rafinátu do adsorpční zóny, kde proběhne oddělení desorbentu od adsorbentu.

Při všech dosud popsaných postupech obvykle jeden z výstupních proudů obsahujících extrakt a výstupní proud obsahující rafinát obsahují desorbent, který musí být odstraněn alespoň z extrahovaného výstupního proudu, aby se dosáhlo vysoké čistoty výsledného extraktu a aby bylo možno desorbentu opět použít. Při způsobech, kde je žádaným produktem extrahovaná složka a nikoli rafinovaná složka, se desorbent obvykle přesto separuje z rafinátového výstupního proudu, aby ho bylo možno v procesu znovu použít. Separace se nejčastěji provádí frakcionací; alespoň část výstupního extraktu a výstupního rafinátu se uvádějí do frakčních kolon, kde se odděluje desorbent a vznikají jednak extrakt a rafinát v podstatě neobsahující desorbent a jednak proud z každé frakční kolony obsahující jeden nebo více desorbujících materiálů a čisticí prostředek, jestliže ho bylo v procesu použito. V procesech, ve kterých se používá pouze jednoho desorbujícího materiálu a žádného čisticího prostředku, lze oba proudy spojit a znovu použít bez dalších opatření. Jestliže se používá více než jednoho desorbentu nebo desorbentu spolu s čisticím prostředkem, je obvykle třeba tyto proudy obsahující desorbent dále zpracovat k separaci desorbentů nebo desorbentu od čisticího prostředku. Tato operace se dosud provádí tak, že se alespoň jeden z proudů, obsahujících desorbent a vycházejících z frakčních kolon pro výstupní extrakt a výstupní rafinát uvádí do dalšího frakcionačního zařízení, separátoru desorbentu, kde vznikají proudy, které mohou být recyklovány v různých bodech procesu.

Simulovaná protiproudá extrakce s pohyblivým ložem je rovněž popsána v práci D. B. Broughtona nazvané „Continuous Adsorptive Processing — A New Separation Technique“, přednesené na 34. výročním setkání Society of Chemical Engineers v Tokiu 2. dubna 1969.

Předkládaný vynález se týká zlepšeného způsobu separace normálních parafinů ze vstupního proudu obsahujícího normální pa-

rafiny a isoparafiny. Normální parafiny se používají jako suroviny pro výrobu různých produktů včetně olefinů a alkoholů s přímým řetězcem, proteinů pro výživu zvířat nebo lidí a detergentů.

Vynález se týká způsobu separace normálních parafinů ze směsi obsahující normální parafiny a isoparafiny s asi 6 až 30 uhlíkovými atomy v molekule s použitím adsorbentu tvořeného zeolitem 5A, při kterém se v prvním stupni vytvoří přímý tok kapaliny kolonou se sloupцем adsorbentu v jednom směru, přičemž kolona obsahuje alespoň tři zóny s oddělenými provozními funkcemi, které jsou sériově propojeny a spojeny s koncovými zónami kolony, takže je zajištěno kontinuální propojení uvedených zón, ve druhém stupni se v koloně vytvoří adsorpční zóna tvořená adsorbentem umístěným mezi vstupem výchozího proudu na začátku této zóny a výstupem rafinátového proudu na konci této zóny, ve třetím stupni se přímo před uvedenou adsorpční zónou vytvoří čisticí zóna tvořená adsorbentem umístěným mezi výstupem extraktového proudu na začátku této zóny a uvedeným vstupem výchozího proudu na konci této zóny, přičemž v čisticí zóně je umístěn vstup proudu čisticího prostředku před uvedeným vstupem výchozího proudu, ve čtvrtém stupni se přímo před uvedenou čisticí zónou vytvoří desorpční zóna tvořená adsorbentem umístěným mezi vstupem desorpčního proudu na začátku této zóny a uvedeným výstupem extraktového proudu na konci této zóny, v pátém stupni se do čisticí zóny uvede čisticí prostředek tvořený sloučeninou rafinátového typu, v šestém stupni se výchozí proud suroviny uvede do adsorpční zóny za podmínek adsorpce pro provedení selektivní adsorpce normálních parafinů adsorbentem, přičemž se z adsorpční zóny odvádí rafinátový výstupní proud tvořený isoparafiny, čisticím prostředkem a níže popsaným desorbentem, v sedmém stupni se do desorpční zóny uvede za podmínek desorpce desorbent o teplotě varu odlišné od teploty varu normálních parafinů ve výchozí směsi, pro odstranění normálních parafinů z adsorbentu v desorpční zóně, přičemž se z desorpční zóny odvádí výstupní extraktový proud tvořený normálními parafiny, čisticím prostředkem a desorbentem, v osmém stupni se alespoň část výstupního extraktového proudu z desorpční zóny uvede do prvního frakcionačního zařízení, kde se frakcionuje za podmínek první frakcionace, přičemž vzniká první přední podíl tvořený směsí čisticího prostředku a desorbentu a první spodní podíl tvořený normálními parafiny, v devátém stupni se alespoň část rafinátového výstupního proudu z adsorpční zóny uvede do druhého frakcionačního zařízení, kde se frakcionuje za podmínek druhé frakcionace, přičemž vzniká druhý přední podíl tvořený směsí čisticího prostředku a desorbentu a

druhý spodní podíl tvořený isoparafiny, v desátém stupni se ve třetím frakcionačním zařízení za podmínek třetí frakcionace rozdělí směs čisticího prostředku a desorbentu z první a druhé frakcionace za vzniku třetího předního podílu tvořeného desorbentem a třetího spodního podílu tvořeného čisticím prostředkem, v jedenáctém stupni se alespoň část třetího předního podílu recykluje do desorpční zóny, ve dvanáctém stupni se alespoň část třetího spodního podílu recykluje do čisticí zóny, ve třináctém stupni se uvedenou kolonou s částicemi adsorbentu periodicky nechá postupovat ve směru po proudu, vztaženo na směr toku v adsorpční zóně, výchozí vstupní proud, výstupní rafinátový proud, vstupní proud desorbentu a výstupní extraktový proud, přičemž se uvedené zóny posunují podél hmoty adsorbentu a vznikají výstupní proudy extraktu a rafinátu.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že se v prvním stupni z uvedeného prvního nebo druhého frakcionačního zařízení odvádí boční podíl tvořený čisticím prostředkem a desorbentem, který má nižší koncentraci desorbentu než první přední podíl i druhý přední podíl, ve druhém stupni se alespoň část tohoto bočního podílu uvádí do třetího frakcionačního zařízení, kde se za podmínek frakcionace rozdělí za vzniku uvedeného třetího předního podílu a uvedeného třetího spodního podílu a ve třetím stupni se alespoň část třetího předního podílu, alespoň část prvního předního podílu a alespoň část druhého předního podílu smísí a tato směs se uvádí do desorpční zóny.

Výhodně se způsob podle vynálezu provádí tak, že se provede prvních pět výše popsaných stupňů a v šestém stupni se do čisticí zóny uvede směs prvního desorbentu a čisticího prostředku a z adsorbentu se v této zóně desorbují za podmínek první desorpce aromáty, v sedmém stupni se z adsorpční zóny odvádí výstupní rafinátový proud tvořený vstupními isoparafiny a aromáty, čisticím prostředkem a prvním desorbentem, v osmém stupni se vstupní proud desorbentu tvořený druhým desorbentem uvádí do desorpční zóny, kde se za podmínek druhé desorpce desorbují normální parafiny z adsorbentu, v devátém stupni se z desorpční zóny odvádí extraktový výstupní proud tvořený normálními parafiny, čisticím prostředkem a druhým desorbentem, v desátém stupni se alespoň část výstupního extraktového proudu uvádí do prvního frakcionačního zařízení, kde se frakcionuje za podmínek první frakcionace za vzniku prvního předního podílu, tvořeného směsí čisticího prostředku, prvního desorbentu a druhého desorbentu, a prvního spodního podílu tvořeného normálními parafiny, v jedenáctém stupni se alespoň část rafinátového výstupního proudu uvádí do druhého frakcionačního zařízení, kde se za podmínek druhé frakcionace frakcionuje za vzniku

druhého předního podílu, tvořeného směsí čisticího prostředku, prvního desorbentu a druhého desorbentu, a druhého spodního podílu tvořeného isoparafiny a výchozími aromáty, ve dvanáctém stupni se ve třetím frakcionačním zařízení za podmínek třetí frakcionace separuje směs čisticího prostředku, prvního desorbentu a druhého desorbentu za vzniku třetího předního podílu, tvořeného čisticím prostředkem a druhým desorbentem, a třetího spodního podílu, tvořeného čisticím prostředkem a prvním desorbentem, ve třináctém stupni se recirkuluje alespoň část třetího předního podílu do desorpční zóny, ve čtrnáctém stupni se alespoň část třetího spodního podílu recirkuluje do čisticí zóny, v patnáctém stupni se uvedenou kolonou s částicemi adsorbentu periodicky nechá postupovat ve směru po proudě, vztaženo na směr toku v adsorpční zóně, výchozí vstupní proud, výstupní rafinátový proud, vstupní proud desorbentu a výstupní extraktový proud, přičemž se uvedené zóny posunují podél hmoty adsorbentu a vznikají výstupní proudy extraktu a rafinátu.

Zlepšení spočívá ve způsobu frakcionace a recirkulace, při kterém se v prvním stupni z uvedeného prvního nebo druhého frakcionačního zařízení odvádí boční podíl tvořený čisticím prostředkem a prvním desorbentem, přičemž tento boční podíl má nižší koncentraci druhého desorbentu než první přední podíl i druhý přední podíl, ve druhém stupni se alespoň část tohoto bočního podílu uvádí do třetího frakcionačního zařízení, kde se za podmínek frakcionace rozděljuje za vzniku uvedeného třetího předního podílu a uvedeného třetího spodního podílu a ve třetím stupni se alespoň část prvního předního podílu, alespoň část druhého předního podílu a alespoň část třetího předního podílu smísí a tato směs se uvádí do desorpční zóny.

Další výhodná provedení způsobu podle vynálezu spočívají v detailech, týkajících se výchozích směsí, adsorbentů, desorbentů a provozních podmínek, které budou níže diskutovány.

Způsob separace normálních parafinů od isoparafinů s použitím čisticího prostředku a jednoho nebo více desorbujících materiálů podle vynálezu je ekonomičtější než známé způsoby a projevuje se zejména sníženými základními investicemi a nižšími provozními náklady.

Pro lepší porozumění způsobu podle vynálezu se uvádějí definice výrazů používaných v popise.

Výraz „výchozí proud“ označuje proud, kterým se přivádí výchozí materiál na adsorbent. Výchozí materiál je tvořen jednou nebo více extraktovými složkami a jednou nebo více rafinátovými složkami. „Extraktová složka“ je sloučenina nebo typ sloučeniny, který je adsorbentem adsorbován selektivněji, zatímco „rafinátová složka“ je

sloučenina nebo typ sloučeniny, který je adsorbován méně selektivně. Při tomto způsobu jsou normální parafiny z výchozího proudy extraktovými složkami, zatímco isoparafiny z výchozího proudy a většina výchozích aromátů jsou rafinátovými složkami. Nicméně malá část výchozích aromátů je adsorbována na povrch částic adsorbentu, a tudíž může být považována za extraktovou složku v přísném smyslu slova. Zde používaný výraz „extraktová složka“ obvykle označuje selektivněji adsorbovanou sloučeninu nebo typ sloučeniny, který má být žádaným produktem, jako jsou při popisovaném způsobu normální parafiny. Výraz „desorbent“ má obecně znamenat látku schopnou desorbovat extrahovanou složku. Konkrétně výraz „první desorbent“ má znamenat látku schopnou desorbovat výchozí aromáty adsorbované na povrchu, avšak neschopnou desorbovat adsorbované normální parafiny z adsorbentu, zatímco výraz „druhý desorbent“ má označovat desorbující látku, která desorbuje adsorbované normální parafiny.

Výraz „čisticí prostředek“ má označovat sloučeninu rafinátového typu přiváděnou do procesu za účelem vymytí rafinátových složek z neselektivního prázdného objemu (definovaného níže) adsorbentu. Výraz „proud desorbentu“ nebo „vstupní proud desorbentu“ označuje proud, kterým je desorbent přiváděn na adsorbent. Výraz „rafinátový proud“ nebo „výstupní rafinátový proud“ znamená proud, kterým je většina rafinátových složek odváděna z adsorbentu. Složení rafinátového proudy se může měnit od okolo 100 % desorbentu do v podstatě 100 % rafinátových složek. Výraz „extraktový proud“ nebo „extraktový výstupní proud“ má znamenat proud, kterým se extrakt, který byl desorbován desorbentem, odvádí z adsorbentu. Složení extraktového proudy se může rovněž měnit od asi 100 % desorbentu do v podstatě 100 % extraktových složek.

Ačkoli lze způsobem podle vynálezu vyrábět normální parafiny o vysoké čistotě (více než 99 %) při vysokých výtěžcích (90 % nebo vyšších), je nutno si uvědomit, že extraktová složka není nikdy kompletně adsorbována adsorbentem a rafinátová složka není nikdy adsorbentem zcela neadsorbována. Proto se mohou v extraktovém proudy objevit malá množství rafinátové složky a podobně v rafinátovém proudy se mohou objevit malá množství extraktové složky. Extraktový a rafinátový proud se pak rozlišují od sebe navzájem a od výchozí směsi poměrem koncentrací extraktové a rafinátové složky vyskytující se v daném proudy. Přesnější poměr koncentrace adsorbovaných normálních parafinů ke koncentraci neadsorbovaných isoparafinů bude nejnižší v rafinátovém proudy, vyšší ve výchozí směsi a nejvyšší v extraktovém proudy. Podobně poměr koncentrace neadsorbovaných isoparafinů ke koncentraci adsorbovaných nor-

málních parafinů bude nejvyšší v rafinátovém proudě, nižší ve výchozí směsi a nejnížší v extraktivním proudě.

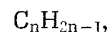
Výraz „selektivní objem pórů“ adsorbentu je definován jako objem adsorbentu, který selektivně adsorbuje extraktivní složky z výchozí suroviny. Výraz „neselektivní prázdný objem“ adsorbentu označuje objem adsorbentu, který nezadržuje selektivně extraktivní složky z výchozí suroviny. Tento objem zahrnuje dutinky adsorbentu, které neobsahují adsorptivní místa, a prázdné prostory mezi částicemi adsorbentu. Selektivní objem pórů a neselektivní prázdný objem se obvykle vyjadřují ve volumetrických údajích a jsou důležité pro určení správných rychlostí toku kapaliny, která má být uváděna do operační zóny, aby bylo možno pracovat účinně s daným množstvím adsorbentu.

Jestliže adsorbent „postupuje“ do operační zóny (jak bude definováno a popsáno níže), přináší jeho neselektivní prázdný objem spolu s jeho selektivním objemem pórů do této zóny kapaliny. Neselektivní prázdný objem se používá pro stanovení množství kapaliny, která má přejít do téže zóny v protiprouděném směru vzhledem k adsorbentu, aby nahradila kapalinu přítomnou v neselektivním volném objemu. Je-li rychlost toku kapaliny, přicházející do zóny, nižší než rychlost neselektivního prázdného objemu adsorbentu procházejícího do této zóny, dochází k přímému vtahování kapaliny adsorbentem do zóny. Poněvadž je takto vtahována kapalina přítomná v neselektivním prázdném objemu adsorbentu, znamená to ve většině případů menší selektivitu v zadržení výchozích složek.

Selektivní objem pórů adsorbentu může v jistých případech adsorbovat části rafinátu z kapaliny obklopující adsorbent, neboť v jistých případech dochází při obsazování absorptivních míst v selektivním objemu pórů ke konkurenci mezi extraktem a rafinátem. Jestliže je adsorbent obklopen velkým množstvím rafinátu vzhledem k extraktu, může být rafinát dost silným konkurentem a může se na adsorbentu adsorbovat.

Jako výchozí směs lze při způsobu podle vynálezu použít uhlovodíkových frakcí o počtu uhlíku pohybujícím se od asi 6 uhlíkových atomů v molekule až do asi 30 uhlíkových atomů v molekule. Typické rozmezí počtu atomů uhlíku v uhlovodíkových frakcích bývá poněkud nižší, například od asi 3 do asi 10 atomů uhlíku. Typickou výchozí směsí je petrolejová frakce C₁₀–C₁₅ nebo frakce C₁₀–C₂₀ plynového oleje. Výchozí směs obvykle obsahuje v různých koncentracích normální parafiny, isoparafiny a aromáty, ale malé množství nebo žádné olefiny. V závislosti na typu suroviny, ze které je uhlovodíková frakce získána a na rozmezí počtu uhlíkových atomů frakce se koncentrace normálních parafinů obvykle pohybuje od asi 15 do asi 60 objemových %

výchozí směsi a koncentrace aromátů od asi 10 do asi 30 objemových % výchozí směsi. Může se vyskytovat více neobvyklých výchozích směsí, které mají koncentrace aromátů pouze asi 2 až asi 4 objemová %. Poněvadž výchozí aromáty, stejně jako isoparafiny, nemohou vstupovat do pórů adsorbentu používaného při způsobu podle vynálezu, protože mají příliš velký průměr, nacházejí se téměř veškeré aromáty v rafinátovém proudě. Malá část však je dosti pevně adsorbována na povrchu částic adsorbentu a na konci procesu se objevuje jako nečistota ve výsledném extraktu (normální parafiny). Výchozí aromáty mohou být monocyklické, jako benzen nebo alkybenzeny, indany nebo alkyindany, a bicyklické, tj. naftaleny, bifenyly nebo acenafteny. Výše uvedené aromatické nečistoty mohou být obecně charakterizovány vzorcem



kde symbol j , používaný ve hmotové spektrometrii, označuje specifické číslo, které po dosažení do uvedeného vzorce umožní rozlišit a charakterizovat komplikované typy aromátů. Bylo zjištěno, že na adsorbentu jsou nejsilněji zadržovány J_6 a J_{12} aromatické uhlovodíky. Jiné typy aromatických uhlovodíků, jako J_8 nebo J_{10} nebo dokonce J_{16} , budou také silně adsorbovány.

Čistící prostředek, definovaný výše, má s výhodou mít teplotu varu, který se dostatečně liší od teploty varu rafinátové složky s výhodou mít teplotu varu, která se dostává výchozího proudě, aby ho bylo možno snadno oddělit od rafinátového proudě následnou destilací. Při způsobu podle vynálezu může být čistící prostředek vybrán například z výše nebo níževroucích homologů isoparafinů nebo naftenů ve výchozí směsi. Jako zvláštní čistící prostředek, vhodný pro použití při separaci normálních parafinů z výchozí směsi C₁₀–C₁₅, lze jmenovat isooktan, který není adsorbován adsorbentem, a který lze oddělit od rafinátových složek C₁₀–C₁₅ destilací.

Čistící prostředek se přivádí rychlostí, které v podstatě stačí k vyrovnání prázdných objemů mezi částicemi adsorbentu procházejícího daným bodem v procesu při dané rychlosti cirkulace, čímž v podstatě při cirkulaci adsorbentu procesem čistící prostředek kontinuálně odstraňuje vtahovaný materiál, primární rafinátové složky, z prostorů mezi částicemi adsorbentu. Odváděné rafinátové složky se spojují s proudem kapaliny, tekoucím adsorbentem, a eventuálně se odstraňují z cirkulující kapalně fáze ve formě rafinátového výstupního proudě, přičemž alespoň část tohoto proudě se pak přivádí do frakcionačního zařízení pro rafinátový proud, z kterého lze rafinátové složky opět získat. Výhodná rychlost dávkování čistícího prostředku do čistící zóny je při rychlosti toku rovné nebo větší než rych-

lost toku v prázdných prostorech mezi částicemi adsorbentu, přičemž tato rychlost závisí v každém jednotlivém případě na velikosti částic adsorbentu, použije-li se pohyblivého nebo pevného lože, a na dalších faktorech.

Jako desorbentů lze při způsobu podle vynálezu použít látek, které se snadno oddělují z výchozí směsi. Jak rafinátový proud, tak extraktový proud se odstraňují z adsorbentu ve směsi s desorbenty. Kdyby neexistoval způsob oddělení těchto desorbentů, nebylo by možno dosáhnout příliš vysoké čistoty extraktové a rafinátové složky, jsou-li žádanými produkty, ani by nebylo možno desorbentů znovu použít v procesu. Je tedy žádoucí, aby desorbenty měly rozdílné rozmezí varu od výchozí směsi přiváděné na adsorbent, což by umožnilo použití frakcionace k oddělení rafinátové a extraktové složky a vytěžení desorbentu pro možné opětovné použití v procesu.

Při způsobu podle vynálezu lze použít jednoho nebo dvou desorbentů. Prvního desorbentu je možno použít, je-li žádoucí získat extrakt obsahující nízkou koncentraci výchozích aromátů. Použitím prvního desorbentu lze snížit koncentraci výchozích aromátů ve výsledném extraktu na méně než 0,05 hmotnostních %. Jako prvního desorbentu lze při způsobu podle vynálezu použít aromatického uhlovodíku, který má teplotu varu rozdílnou od výchozí směsi, aby z ní mohl být oddělen destilací. První desorbent má též s výhodou mít teplotu varu rozdílnou od čistícího prostředku, aby od něho mohl být oddělen destilací. Při způsobu podle vynálezu lze jako prvního desorbentu použít jednotlivých aromátů, jako je benzen, toluen, isomery xylenu a ethylbenzen, nebo směsi C₈ aromátů. Ve výše uvedeném příkladu, kde měly být normální parafiny odděleny od výchozího proudu C₁₀—C₁₅, a kde se jako čistícího prostředku použilo isooktanu, jsou vhodnými prvními desorbenty například p-xylen nebo ethylbenzen. Jestliže se použije prvního desorbentu ve směsi s čistícím prostředkem, může se koncentrace prvního desorbentu ve směsi pohybovat od asi 5 do asi 100 objemových % celkové směsi. Nejvýhodněji je koncentrace v rozmezí asi 15 až asi 40 objemových %. Poněvadž funkcí prvního desorbentu je pouze desorbovat povrchově adsorbované výchozí aromáty, je rovněž důležité, aby první desorbent obsahoval málo nebo žádný druhý desorbent, aby nedocházelo k desorpci normálních parafinů. Výhodně má být koncentrace druhého desorbentu v prvním desorbentu nižší než asi 0,1 objemového %.

Druhý desorbent může být tvořen libovolným normálním parafinem o teplotě varu rozdílné od výchozí směsi, aby ho z ní bylo možno oddělit destilací. Běžně se používá druhého desorbentu tvořeného normálním pentanem, který lze snadno oddělit z vý-

chozích surovin obvykle používaných v tomto procesu. Druhý desorbent může být ze 100 % tvořen normálními parafiny nebo může obsahovat nižší koncentrace normálních parafinů ve směsi s isoparafinickým nebo naftenickým ředidlem. Používají-li se ve směsi s ředidlem, tvoří normální parafiny nejčastěji asi 40 až asi 80 objemových % směsi. Je důležité, aby druhý desorbent obsahoval málo nebo žádný první desorbent, poněvadž přítomnost aromátů brání desorpci normálních parafinů druhým desorbentem. Výhodně má být koncentrace prvního desorbentu v druhém desorbentu nižší než asi 0,1 objemového %.

Pevné adsorbenty vhodné pro způsob podle vynálezu jsou tvořeny zeolity selektivními na tvar molekul, obvykle označovanými jako molekulární síta. Výraz „selektivní na tvar“ se vztahuje ke schopnosti zeolitu rozdělovat molekuly podle tvaru nebo velikosti na základě daného průměru pórů zeolitu v příčném průřezu. Zeolity patří do skupiny aluminosilikátových krystalů se strukturou, ve které má každý čtyřstěn SiO₄ nebo AlO₄ všechny rohy společné s ostatními čtyřstěny, čímž jsou do struktury zahrnuty všechny křemíkové, hliníkové a kyslíkové atomy. Tyto krystaly mají chemický vzorec, ve kterém poměr (Si + Al) : (O) činí 1:2. Z různých typů známých zeolitů jsou jako molekulární síta vhodné pouze zeolity s touto strukturou. Krystaly zeolitu obsahují v dutinkách daných strukturou vodu. Mírným zahříváním lze tuto vodu vypudit a otevřené dutinky pak mají jednotnou velikost a mohou do nich vstupovat sloučeniny, jejichž maximální kritické průměry molekul nejsou podstatně větší než minimální průměr dutinek. Molekulární síta na bázi čistých zeolitů, zejména syntetická, se obvykle vyrábějí ve formě jemných, práškovitých hmot tvořených malými krystalky. Pro obchodní použití mohou být tyto krystaly zeolitů smíseny s pojivy, například s jíly, aluminou a dalšími materiály za vzniku pevnějších a otěruvzdornějších částic.

Pro způsob podle vynálezu jsou použitelné adsorbenty tvořené zeolity o jednotném průměru pórů 0,5 nm, jako je chabazit nebo zvláště Lindeho obchodně dostupné molekulární síto typu 5A. Obchodní provedení posledně jmenované látky má obvykle formu vytlačovaného výrobku nebo pelet nebo granulí a obsahuje čistý zeolit 5A a pojivo, jako je jíl. Podle vynálezu se obvykle používá adsorbentu ve formě částic o velikosti asi 20 až asi 40 mesh.

Adsorbentu může být použito ve formě zhuštěného kompaktního pevného lože, které se uvádí do kontaktu alternativně s výchozí směsí a s desorbentem. V nejjednodušším uspořádání může být adsorbentu použito ve formě jednoduchého statického lože. Jiná možnost uspořádání předpokládá sadu dvou nebo více statických loží s příslušným systémem ventilů, tak aby výchozí

směs procházela jedním nebo více loži adsorbentu, zatímco by desorbent procházel jedním nebo více ostatními loži adsorbentu v sadě. Výchozí směs a desorbenty mohou podél adsorbentu protékat v obou směrech. Lze též použít libovolného zařízení běžného při procesech se statickým ložem a s kontaktem kapalina — pevná látka.

Protiproudé systémy s pohyblivým ložem nebo se simulovaným pohyblivým ložem mají však mnohem vyšší separační účinnost než systémy s pevným ložem adsorbentu, a jsou proto preferovány. Při způsobech s pohyblivým ložem nebo se simulovaným pohyblivým ložem probíhají adsorpční a desorpční operace kontinuálně, což umožňuje jak kontinuální produkci extraktu a rafinátového proudu, tak kontinuální aplikaci vstupního a desorbentového proudu. Jedno z výhodných provedení tohoto způsobu používá systému, známého jako protiproudý systém se simulovaným pevným ložem. Principy operací a postup proudů takového systému jsou popsány v patentu USA č. 2 985 589. V tomto systému je pohyb adsorbentu adsorpční komorou ve směru proti proudu podporován postupným pohybem více vstupních otvorů pro kapalinu adsorpční komorou směrem po proudu. Obvykle jsou v kterémkoli čase činné čtyři ze vstupních potrubí; potrubí pro výchozí vstupní proud, vstupní proud desorbentu, výstup rafinátu a výstup extraktového proudu. S tímto simulovaným pohybem pevného adsorbentu proti proudu je časově shodný pohyb kapaliny zaujímající prázdný objem plněného lože nebo adsorbentu. Aby byl udržován protiproudý kontakt, může být tok kapaliny adsorpční komorou po proudu navozován čerpadlem. Při pohybu činného vstupu kapaliny cyklem se čerpadlo komorové cirkulace pohybuje různými zónami, které vyžadují různé rychlosti toku. Pro nastavení a regulaci těchto rychlostí toku lze použít programovaného regulátoru toku.

Činné vstupy kapaliny účinně rozdělují adsorpční komoru na oddělené zóny, z nichž každá má odlišnou funkci. Pro průběh procesu podle vynálezu je obecně nutná přítomnost tří oddělených operačních zón; v některých případech lze navíc použít čtvrté zóny.

Adsorpční zóna je definována jako adsorbent umístěný mezi vstupem výchozího proudu a výstupem rafinátového proudu. V této zóně se uvádí výchozí surovina do kontaktu s adsorbentem, adsorbuje se extraktová složka a odvádí se rafinátový proud. Poněvadž hlavní tok adsorpční zónou se usku-tečňuje ve směru od výchozího proudu, který přichází do zóny, k rafinátovému proudu, který odchází ze zóny, považuje se tok touto zónou za tok po proudu, jestliže postupuje od vstupu výchozí směsi k výstupu rafinátového proudu.

Přímo před adsorpční zónou, vztaženo ke

směru toku v adsorpční zóně, se nachází čistící zóna. Čistící zóna je definována jako adsorbent mezi výstupem extraktového proudu s vstupem výchozího proudu. Základními operacemi, probíhajícími v čistící zóně, jsou odstranění veškerého rafinátového materiálu, který byl do čistící zóny zanesen postupem adsorbentu do této zóny, z neselektivního prázdného objemu adsorbentu a selektivní desorpce veškerého rafinátu, adsorbovaného v selektivním objemu pórů adsorbentu nebo adsorbovaného na povrchu částic adsorbentu. Tyto operace lze nejlépe provést s použitím čistícího prostředku, prvního desorbentu a části extraktového proudu, vycházející z desorpční zóny do čistící zóny na začátku čistící zóny, tj. výstupního extraktového proudu, tok materiálu v čistící zóně probíhá ve směru od výstupu extraktového proudu ke vstupu výchozího proudu.

Přímo před čistící zónou, vztaženo ke směru toku v čistící zóně, se nachází desorpční zóna. Desorpční zóna je definována jako adsorbent mezi vstupem desorbentu a výstupem extraktu. Funkce desorpční zóny spočívá v tom, že druhý desorbent, který vstupuje do této zóny, odstraňuje normální parafiny, které byly adsorbovány na adsorbentu během předchozího kontaktu s výchozí směsí v adsorpční zóně v dřívějším operačním cyklu. Tok kapaliny v desorpční zóně probíhá v podstatě ve stejném směru jako v adsorpční a čistící zóně.

V některých případech lze použít navíc tlumicí zóny. Tato zóna, definovaná jako adsorbent mezi výstupem rafinátu a vstupem desorbentu je pak umístěna přímo před desorpční zónou. Tlumicí zóny se používá k zachování množství desorbentu, použitého v desorpčním stupni, poněvadž část rafinátu, který je odváděn z adsorpční zóny, může být uvedena do tlumicí zóny, aby vytlačila desorbent, přítomný v této zóně, do desorpční zóny. Tlumicí zóna má obsahovat dostatečné množství adsorbentu, aby rafinát přítomný v rafinátovém proudu vycházejícím z adsorpční zóny do tlumicí zóny nevstupoval do desorpční zóny a neznečišťoval tak extrakt odváděný z desorpční zóny. V případech, kdy se nepoužívá čtvrté operační zóny, je třeba pečlivě sledovat rafinátový proud procházející z adsorpční zóny do tlumicí zóny, aby bylo možno zastavit proud směřující přímo z adsorpční zóny do desorpční zóny v případě, že se v rafinátovém proudu procházejícím z adsorpční zóny do desorpční zóny vyskytne znatelné množství rafinátu, aby nebyl výstupní extraktový proud znečišťován.

Cyklický posun vstupních a výstupních proudů podél pevného lože adsorbentu může být dosažen s použitím mnohočetného potrubního systému, kde ventily jsou ovládány postupně, a tak se dosahuje posunu vstupních a výstupních proudů a umožňuje se, aby kapalina protékala vzhledem k pevnému adsorbentu protiproudě. Jinou modi-

fikací, kterou lze uskutečnit protiproudný tok pevného adsorbentu vzhledem ke kapalině, je použití rotačního diskového ventilu, přičemž vstupní a výstupní proudy jsou připojeny k ventilu a potrubí, kterými procházejí výchozí vstupní proud, výstupní extraktový proud, vstupní proud desorbentu, recykl rafinátu a výstupní proud rafinátu, postupují podél lože adsorbentu ve stejném směru. Je známo jak mnohočetné uspořádání, tak diskový ventil. Speciální rotační diskové ventily, kterých lze použít pro tuto operaci, jsou popsány v patentech USA č. 3 040 777 a 3 422 848. Oba citované patenty zahrnují spojující ventil rotačního typu, kterým lze bez potíží dosáhnout vhodného postupu různých vstupních a výstupních proudů z pevných zdrojů.

V mnoha případech může operační zóna obsahovat mnohem větší množství adsorbentu než jiná operační zóna. Například při některých operacích může tlumicí zóna obsahovat menší množství adsorbentu ve srovnání s množstvím vyžadovaným pro adsorpční a čisticí zónu. Je rovněž zřejmé, že v případech, kdy se použije desorbentu, který snadno desorbuje extrakt z adsorbentu, bude v desorpční zóně nutné relativně malé množství adsorbentu ve srovnání s množstvím potřebným pro tlumicí zónu nebo adsorpční zónu nebo čisticí zónu nebo všechny tyto zóny. Poněvadž není nutné, aby adsorbent byl umístěn v jediné koloně, spadá do rozsahu vynálezu i použití více komor nebo série kolon.

Není nutné používat současně všech vstupních a výstupních proudů a v praxi mohou být v mnoha případech některé z proudů uzavřeny, zatímco ostatní obstarávají vstup nebo výstup materiálu. Zařízení k provádění způsobu podle vynálezu může rovněž obsahovat sérii jednotlivých loží propojených spojovacími potrubími, na kterých jsou umístěny vstupní nebo výstupní kohouty, ke kterým lze připojovat různé vstupní nebo výstupní proudy a podle průběhu operací je alternativně a periodicky posunovat. V některých případech mohou být spojovací potrubí připojena k přepojovacím kohoutům, které během normálního provozu nefungují jako vedení pro vstup nebo výstup materiálu.

Ačkoliv při mnoha způsobech adsorpční separace lze použít operací jak v kapalně, tak v parní fázi, pro způsob podle vynálezu je preferována kapalná fáze vzhledem k nižším teplotním nárokům a k tomu, že v kapalně fázi se získají vyšší výtěžky normálních parafinů než v parní fázi. Adsorpční podmínky pro zajištění průběhu v kapalně fázi zahrnují teplotní rozmezí 40 až 250 °C a rozmezí tlaku od 0,1 do 3,5 MPa. Desorpční podmínky zahrnují stejné rozmezí teplot a tlaků, jako se používá pro adsorpci.

Alespoň část extraktového výstupního proudu ze zóny 3 se může uvádět do prvního frakcionačního zařízení neboli frakcionačního zařízení pro extraktový výstupní

proud, kde probíhá frakcionace za podmínek první frakcionace na přední podíl, boční podíl a spodní podíl. Přední podíl obsahuje druhý desorbent a čisticí prostředek, a v případě, že se v procesu používá prvního desorbentu, obsahuje výhodně méně než asi 0,1 objemových % prvního desorbentu. Boční podíl obsahuje čisticí prostředek, nižší koncentraci druhého desorbentu než přední podíl a popřípadě první desorbent, jestliže se při procesu používá. Spodní podíl je tvořen výsledným extraktem neboli normálními parafiny a v podstatě neobsahuje desorbent nebo čisticí prostředek.

Podobně alespoň část výstupního rafinátového proudu se uvádí do druhého frakcionačního zařízení neboli frakcionačního zařízení pro výstupní rafinátový proud, kde probíhá frakcionace za podmínek druhé frakcionace na přední podíl, boční podíl a spodní podíl. Přední podíl obsahuje druhý desorbent a čisticí prostředek, a v případě, že se v procesu používá prvního desorbentu, obsahuje výhodně méně než asi 0,1 objemových % prvního desorbentu. Boční podíl obsahuje čisticí prostředek, nižší koncentraci druhého desorbentu než přední podíl a popřípadě první desorbent, jestliže se při procesu používá. Spodní podíl je tvořen rafinátovým produktem (primárně isoparafiny a aromáty) a výhodně v podstatě neobsahuje desorbent nebo čisticí prostředek. Výraz „v podstatě neobsahuje“ znamená, že koncentrace desorbentu jak ve výsledném extraktu, tak ve výsledném rafinátu má být nižší než asi 5 objemových % a výhodněji nižší než 1 objemové %.

Oba boční proudy se spojí a uvedou do třetího frakcionačního zařízení, kde se směs frakcionuje za podmínek třetí frakcionace za vzniku předního podílu, který se recirkuluje zpět do zóny 3, a spodního podílu, který se recirkuluje do zóny 2. Přední podíl obsahuje druhý desorbent a čisticí prostředek a v případě, že se používá prvního desorbentu, výhodně méně než 0,1 objemového procenta prvního desorbentu. Spodní podíl obsahuje čisticí prostředek, výhodně méně než 1,0 objemových % druhého desorbentu a popřípadě první desorbent, používá-li se ho v procesu. Odváděním bočních proudů z prvního a druhého frakcionačního zařízení, přičemž každý z bočních proudů obsahuje nižší množství druhého desorbentu ve srovnání s koncentrací druhého desorbentu v odpovídajících předních podílech, a uvedením těchto bočních podílů do třetího frakcionačního zařízení lze snížit energetické a rozměrové požadavky na třetí frakcionační zařízení oproti požadavkům na zařízení bez odvodu bočních podílů, ve kterém se místo toho uvádí do třetího frakcionačního zařízení uvádí přední podíl z prvního nebo druhého frakcionačního zařízení (nebo oba tyto podíly nebo jejich části). Při způsobu podle vynálezu přichází do třetího frakcionačního zařízení značně nižší množství dru-

hého desorbentu za časovou jednotku, což umožňuje snížení hmotných a provozních nákladů na třetí frakcionační zařízení. Jako prvního, druhého a třetího frakcionačního zařízení lze nejlépe použít frakčních kolon, jejichž uspořádání a technologie jsou v oblasti separace běžné.

Velikost jednotek použitelných při způsobu podle vynálezu se může pohybovat v širokých mezích od poloprovozního do komerčního měřítka a rychlost toku zařízením může ležet mezi několika mililitry až mnoha tisíci litry za hodinu.

Připojený výkres schematicky znázorňuje jedno z provedení způsobu podle vynálezu. Obecně zahrnuje čtyři oddělené operační zóny a tři oddělená frakcionační zařízení spolu se vstupními a výstupními proudy a spojovacími potrubími. Adsorpční zóna 1, čisticí zóna 2, desorpční zóna 3 a popřípadě tlumicí zóna 4 se používají k separaci normálních parafinů od isoparafinů za vzniku extraktového výstupního proudu a rafinátového výstupního proudu. Frakcionační zařízení 15, 19 se používají k oddělování desorbentu a čistícího prostředku od extraktového a rafinátového výstupního proudu za vzniku výsledného extraktového proudu a výsledného rafinátového proudu. Frakcionační zařízení 24 se používá k oddělování desorbentu od čistícího prostředku pro jejich recirkulaci.

Čtyři zóny jsou tvořeny stacionárními loži částic pevného adsorbentu, v některých případech však mohou sestávat ze skupiny jedné nebo více jednotlivých komor spojených v sérii. Každá ze zón může být tvořena jednou komorou nebo sérií loží uspořádaných do sloupce tvořícího zónu. Z toho vyplývá, že v některých případech obsahuje každá z uvedených zón obecně stejné množství adsorbentu a má obecně stejné fyzikální rozměry, ale v jiných případech mohou některé zóny obsahovat více adsorbentu, než jiné zóny. Popsaný přímý tok kapaliny zónami směřuje dolů, ale v některých případech může některá ze zón pracovat tak, že ji kapalina po určitou dobu prochází v opačném směru vzhledem k hlavnímu přímému toku. Tok částic adsorbentu se pro lepší pochopení pochodu probíhajících v různých zónách považuje za směřující vzhůru. Během běžné protiproudé extrakce s pevným ložem zůstává adsorpční stacionární a jednotlivě definované zóny, adsorpční, čisticí, desorpční a tlumicí, se pohybují podél adsorbentu posunováním různých vstupních a výstupních proudů v jednom směru, přičemž kapalina protéká vzhledem k pevnému adsorbentu protiproudě a kontinuálně vznikají extraktový a rafinátový proud. Ve většině případů se posunování vstupních a výstupních proudů podél lože adsorbentu provádí simultánně a ve stejných vzdálenostech podél lože adsorbentu. V jiných případech se vyžaduje, aby v adsorbentu mezi dvěma vstupními a výstupními proudy proběhly dvě nebo více

operačních funkcí předtím, než se posunou vstupní a výstupní proudy.

Ve shodě s výše uvedenou definicí zón je adsorpční zóna 1 tvořena adsorbentem umístěným mezi vstupním výchozím proudem 6 a výstupním rafinátovým proudem 5, který je spojen se zónou 1 potrubím 11. Čisticí zóna 2 je umístěna přímo proti proudu nad adsorpční zónou 1 a má s ní společnou hranici tvořenou vstupním výchozím proudem 6. Čisticí zóna 2 je tvořena adsorbentem umístěným mezi výstupním extraktovým proudem 8 a vstupním výchozím proudem 6. Přímo proti proudu nad čisticí zónou 2 je desorpční zóna 3, která má s čisticí zónou 2 společnou hranici tvořenou výstupním extraktovým proudem 8. Desorpční zóna 3 je tvořena adsorbentem mezi výstupním extraktovým proudem 8 a vstupním desorbentovým proudem 9. Přímo proti proudu nad desorpční zónou 3 je popřípadě tlumicí zóna 4, která má s desorpční zónou 3 společnou hranici tvořenou vstupním desorbentovým proudem 9 a s adsorpční zónou 1 má společnou hranici tvořenou výstupním rafinátovým proudem 5. Zóna 4 je tvořena adsorbentem umístěným mezi vstupním desorbentovým proudem 9 a výstupním rafinátovým proudem 5.

Konečné zóny 1, 4 jsou spojeny potrubím 10, 11. Spojovací potrubí umožňuje části kapaliny tekoucí ze zóny 1 potrubím 11 eventuálně protékat potrubím 10 do zóny 4 nebo zóny 3 podle toho, zda se v procesu používá zóna 4, čímž je umožněna cirkulace kapaliny uzavřeným obvodem. Potrubí 12 spojuje zóny 1, 2, potrubí 13 spojuje zóny 2, 3 a potrubí 14 spojuje zóny 3, 4, a tak je zajištěn kontinuální průchod kapaliny zónami. Konkrétně materiál vystupující z adsorpční zóny 1 potrubím 11 může procházet do výstupního rafinátového proudu 5 nebo může být jeho část odvedena potrubím 10 a eventuálně vstoupit do tlumicí zóny 4. Vstupní výchozí proud 6 materiálu prochází potrubím 12 do adsorpční zóny 1. V některých případech může část kapalného materiálu, vycházejícího z čisticí zóny 2 potrubím 12 procházet ve směsi se vstupním výchozím 6 do adsorpční zóny 1. Potrubí 13 je spojka, která umožňuje, aby v některých případech část kapalného materiálu odváděného z desorpční zóny 3 potrubím 13 obtekala výstupní extraktový proud 8 a procházela potrubím 13 do čisticí zóny 2. Podobně potrubí 14 spojuje tlumicí zónu 4 a desorpční zónu 3, přičemž část kapalného materiálu, opouštějícího tlumicí zónu 4, se odvádí do kontaktu s materiálem přicházejícím do procesu vstupním desorbentovým proudem 9 a prochází ve směsi s desorbentem potrubím 14 do desorpční zóny 3. To umožňuje snížení množství desorbentu přicházejícího do procesu zvenku, tedy vstupním desorbentovým proudem 9. Potrubí 10 může obsahovat čerpadlo nebo jiné zařízení pro dopravu kapaliny, aby byl proud kapa-

liny procesem veden směrem od potrubí 11 potrubím 10 do tlumicí zóny 4.

Další čerpadla a ventily, umístěné na vstupních a výstupních potrubích a na potrubích spojujících různé zóny, které regulují tok do procesu, z procesu a skrze proces, nejsou zobrazeny. Předpokládá se, že jejich umístění pro správnou regulaci procesu bude odborníkovi zřejmé. Vstupní proudy přicházející do různých zón mohou být připojeny ke zdrojům vysokého tlaku nebo k čerpacímu zařízení, aby byl zajištěn vstup proudu do procesu a proudy vystupující z procesu mohou být regulovány zpětnými tlakovými ventily, aby bylo možno regulovat pokles tlaku v zónách ve směru toku kapaliny. V některých případech mohou být mezi různými zónami, kde se nepoužívá oběhu s čerpadlem, umístěna jednosměrná zařízení pro usměrňování toku, jako jsou zpětné ventily.

Výchozí směs vstupuje do procesu a do zóny 1 vstupním výchozím proudem 6 a poněvadž celkový tok kapaliny touto zónou směřuje obecně vzhůru, prochází potrubím 12 spolu s veškerým materiálem, který může vystupovat ze zóny 2 potrubím 12 do zóny 1.

Se vstupem výchozí směsi do zóny 1 opouští zónu 1 stejný objem rafinátového materiálu potrubím 11. Část nebo celý rafinátový proud procházející potrubím 11 může být odváděn ze zóny 1 výstupním rafinátovým proudem 5, přičemž libovolná část se buď do zóny 3, nebo do zóny 4, používá-li se zóny 4 v procesu. Výstupní rafinátový proud 5 je veden do frakcionačního zařízení 19, popsaného dále, kde se desorbent a čisticí prostředek oddělují od rafinátových složek.

Je možno předpokládat, že adsorbent v zóně 1 se pohybuje protiproudě vzhledem k toku kapaliny zónou. Během posunu zón tvořícího součást celého cyklu dochází k simulovanému toku pevné látky do adsorpční zóny a ven z ní. Adsorbent vstupující do zóny 1 přichází ze zóny 3, popřípadě ze zóny 4, používá-li se jí při procesu. Jestliže se nepoužívá zóny 4, obsahuje adsorbent opouštějící zónu 3 a vstupující do zóny 1 obecně desorbent nacházející se jak v neselektivních, tak v selektivních prázdných objemech. V případech, kde se používá zóny 4, může část rafinátového proudu procházet potrubím 10 do zóny 4 a vytlačovat desorbent z neselektivních prázdných objemů v částicích adsorbentu v zóně 4 do zóny 3 potrubím 14. Adsorbent, který pak prochází z tlumicí zóny 4 do adsorpční zóny 1, obsahuje z největší části desorbent umístěný v selektivním objemu pórů částic adsorbentu. Ačkoli není znázorněna na výkrese, existuje možnost v podstatě odstranit desorbent ze selektivního objemu pórů tak, že se adsorbent uvede od kontaktu s rafinátovým materiálem o relativně vysoké čistotě ještě před uvedením adsorbentu do kontaktu se

vstupním výchozím proudem v horní části (tj. proti proudu) adsorpční zóny. Toto provedení, které je částí postupu popsaného v patentu USA č. 3 715 409, je v mnoha případech žádoucí, poněvadž bylo nalezeno, že absence desorbentu v adsorpční zóně zvyšuje schopnost adsorbentu selektivně adsorbovat a zadržovat extraktovou složku vzhledem k rafinátové složce.

Adsorbent při průchodu vzhůru adsorpční zónou 1 od její dolní hranice k horní hranici vzhledem ke směru toku kapaliny zónou adsorbuje extraktový materiál ze vstupního výchozího proudu. Na výstupu z adsorpční zóny obsahuje adsorbent extrakt a určité množství rafinátu umístěného v selektivním objemu pórů adsorbentu a určité množství rafinátu adsorbovaného na povrchu částic adsorbentu. Materiál přítomný v neselektivním prázdném objemu adsorbentu je obecně tvořen rafinátem spolu s malými podíly extraktu z výchozí směsi, které nebyly adsorbovány adsorbentem. Adsorbent pak prochází do čisticí zóny 2 a vstupuje do ní na dolním konci, tj. u vstupu vstupního výchozího proudu 6.

Při vstupu do čisticí zóny 2 z adsorpční zóny 1 obsahuje adsorbent obecně určité množství rafinátu přítomného v selektivním objemu pórů adsorbentu, v neselektivním prázdném objemu a adsorbovaného na povrchu částic adsorbentu. Funkcí čisticí zóny 2 je tedy odstranit rafinát jak ze selektivního objemu pórů adsorbentu, tak z neselektivního prázdného objemu adsorbentu, tak i z povrchu částic adsorbentu, tak aby adsorbent opouštějící čisticí zónu v místě horní hranice (výstupního extraktového proudu 8) obsahoval co nejnižší množství rafinátu, které by znečišťovalo výsledný extraktový proud. Těchto funkcí se v zóně 2 dosahuje různými způsoby. Nejprve část extrahovaného proudu, směs desorbentu a extraktu, prochází do čisticí zóny 2 ze zóny 3 potrubím 13 a odstraňuje veškerý rafinát ze selektivního objemu pórů adsorbentu a odvádí tento odstraněný rafinát a rafinát z neselektivního objemu pórů adsorbentu po proudu kapaliny směrem k výstupnímu rafinátovému proudu 5. Jak je patrné z výkresu, vstupuje do čisticí zóny rovněž potrubí 7, které přivádí čisticí prostředek rafinátového typu. Čisticí prostředek jako takový nahrazuje promývací účinek části extraktového proudu tekoucího do zóny 2 ze zóny 3 potrubím 13. Čisticí prostředek může rovněž umožňovat odstranění výchozího rafinátového materiálu z adsorbentu a zároveň snižovat množství extraktového proudu tekoucího do zóny 2. Snižování množství desorbentu, tvořícího část extraktového proudu vstupujícího do zóny 2, zvyšuje schopnost adsorbentu adsorbovat poslední stopy extraktu z kapaliny obklopující adsorbent v čisticí zóně. Navíc čisticí prostředek, který je rafinátového typu a poměrně neabsorbovatelný, nezvyšuje nálož adsorbentu v zóně 1, a tudíž

nesnižuje kapacitu adsorbentu pro čerstvý extrakt vstupující do zóny 1 vstupním výchozím proudem 6, jak je tomu v případě extraktového proudu ze zóny 3 do zóny 2 potrubím 13. Běžné rychlosti toku čistícího prostředku nebo extraktového proudu však v podstatě neodstraňují malé množství rafinátu, který je dosti pevně adsorbován na povrchu částic adsorbentu. Zatímco hlavní blok aromatických uhlovodíků vstupujících do procesu s výchozím proudem vychází z procesu jako část výstupního rafinátového proudu 5, malá část těchto aromátů se adsorbuje na částicích adsorbentu v zóně 1, prochází s adsorbentem zónou 2 a je desorbována desorbentem v zóně 3 a objevuje se jako nečistota ve výstupním extraktovém proudě 8, opouštějícím proces. Z tohoto důvodu podle jednoho provedení způsobu podle vynálezu vstupuje do zóny 2 první desorbent ve směsi s čistícím prostředkem potrubím 7. Uvedením adsorbentu v zóně 2 do kontaktu s prvním desorbentem se povrchově adsorbované aromatické nečistoty desorbují z částic adsorbentu a procházejí, s pomocí čistícího prostředku a části extraktového proudu vstupujícího do zóny 2 potrubím 13, po proudu zónou 2 směrem k výstupnímu rafinátovému proudě 5. Jako první desorbent se volí látka, která je specifická pouze pro desorpci aromatických nečistot a ne pro desorpci extraktu tvořeného normálními parafiny. Adsorbent procházející ze zóny 2 vzhůru do zóny 3 tak obsahuje normální parafiny v selektivním objemu pórů a značně sníženou koncentraci aromatických nečistot na povrchu částic adsorbentu. Ačkoli potrubí 7 může být umístěno kdekoli podél adsorbentu v zóně 2 od místa nejvýše proti proudu u výstupního extraktového proudu 8 do místa nejnižšího po proudu u vstupního výchozího proudu 6, je výhodné, je-li potrubí 7 umístěno blíže výstupního extraktového proudu 8 tak, aby čistící prostředek nebo směs čistícího prostředku a prvního desorbentu měla možnost protékat většinou délky zóny a vykonávat zde svou funkci. Je možno regulovat tok kapaliny zónou 2 kontrolováním množství materiálu přicházejícího do zóny potrubím 7, materiálu přicházejícího do této zóny ze zóny 3 potrubím 13 a množství materiálu vycházejícího z nejvyšší části zóny 2 potrubím 12.

Adsorbent vycházející z čistící zóny 2 vstupuje do desorpční zóny 3 její dolní hranicí, kterou tvoří výstupní extraktový proud 8. V desorpční zóně probíhá v podstatě odstranění normálních parafinů z adsorbentu. Odstranění je uskutečňováno uvedením adsorbentu do kontaktu s desorbentem schopným odstraňovat normální parafiny ze selektivního objemu pórů adsorbentu. Desorbent přichází do desorpční zóny 3 na její horní hranici vstupním desorbentovým proudem 9 a potrubím 14. Alespoň část desorbovaných normálních parafinů vychází z de-

sorpční zóny 3 ve směsi s tímto desorbentem výstupním extraktovým proudem 8. Výstupní extraktový proud 8 pak postupuje do frakcionačního zařízení 15 popsaného níže, kde se parafiny oddělují od desorbentu. Adsorbent opouštějící desorpční zónu 3 obsahuje desorbent umístěný jak v selektivním objemu pórů, tak v neselektivním prázdňovém objemu adsorbentu. Adsorbent pak popřípadě vstupuje do tlumicí zóny 4 na jejím dolním konci u vstupního desorbentového proudu 9.

Zóny 4 lze v procesu popřípadě použít jak pro dodržení množství používaného desorbentu, tak pro zabránění znečištění extraktu rafinátovými složkami.

Použije-li se zóny 4, je možno část výstupního rafinátového proudu, která neodchází výstupním rafinátovým proudem 5, vést do zóny 4 potrubím 10, 11, aby odstranila desorbent z neselektivního prázdňového objemu částic adsorbentu v zóně 4 a vytlačila desorbent ze zóny 4 potrubím 14 do zóny 3. Poněvadž vstupní desorbentový proud 9 je spojen s potrubím 14, které spojuje zónu 4 s desorpční zónou 3, má desorbent odstraňovaný z adsorbentu v zóně 4 tendenci ke snižování nároků na množství desorbentu, které má přicházet do procesu vstupním desorbentovým proudem 9. Pevný adsorbent opouštějící zónu 4 na horním konci u výstupního rafinátového proudu 5, obsahuje v podstatě desorbent v selektivním objemu pórů a rafinát v neselektivním prázdňovém objemu.

V případech, kdy se nepoužívá zóny 4, je možno vést určité množství rafinátu ze zóny 1 přímo do zóny 3. V takových případech je třeba, aby materiál, opouštějící zónu 1 potrubím 11 a obtékající výstupní rafinátový proud 5, neobsahoval v podstatě žádný rafinát. Počáteční rafinát odváděný ze zóny 1 obsahuje velmi vysokou koncentraci desorbentu a může být veden potrubími 10, 11 do zóny 3. Během této doby je možno zastavit tok výstupního rafinátového proudu 5. Jestliže proud přicházející potrubími 10, 11 do zóny 3 obsahuje znatelné množství rafinátu, zastaví se tok do zóny 3 potrubím 10 a rafinát se odvádí výstupním rafinátovým proudem 5. Zatímco se rafinát odvádí výstupním rafinátovým proudem 5, může být do zóny 3 přiváděn desorbent z vnějšího zdroje vstupním desorbentovým proudem 9 nebo potrubím 10.

Vstupní a výstupní potrubí 5, 6, 7, 8, 9 vedou během běžného provozu odpovídající proudy popsané výše. Pro kontinuální průběh je nutno, aby jednotlivé vstupní a výstupní proudy mohly být posunovány ve stejném směru a ve většině případů i ve stejném okamžiku. Posunováním vstupních a výstupních proudů podél lože adsorbentu a vzájemným spojením koncových zón (adsorpční zóny 1 s tlumicí zónou 4 nebo desorpční zónou 3) je možné kontinuálně pro-

vozovat jednotlivé operace probíhající v různých zónách.

Jestliže se výše popsané zóny posunují postupně v určitých intervalech podél stacionárního adsorbentu, pak je adsorbent uváděn postupně do kontaktu s adsorpční zónou, čisticí zónou, desorpční zónou a tlumicí zónou.

Alespoň část extraktu prochází výstupním extraktivním proudem **8** do frakcionačního zařízení **15**, které pracuje za frakcionačních podmínek za vzniku předního podílu, který odchází potrubím **16**, bočního podílu odcházejícího potrubím **17** a spodního podílu odcházejícího potrubím **18**.

Alespoň část rafinátu prochází výstupním potrubím pro rafinátový proud **5** do frakcionačního zařízení **19**, které pracuje za frakcionačních podmínek za vzniku předního podílu odcházejícího potrubím **20**, bočního podílu odcházejícího potrubím **21** a spodního podílu odcházejícího potrubím **22**.

Boční podíly z potrubí **17**, **21** se spojují a ve směsi procházejí potrubím **23** do frakcionačního zařízení **24**. Frakcionační zařízení **24** pracuje za podmínek, za kterých vzniká přední podíl odcházející potrubím **25** a spodní podíl odcházející potrubím **7**. Spodní podíl z frakcionačního zařízení **24** se recirkuluje do zóny **2** potrubím **7**. Přední podíl z frakcionačního zařízení **24** odcházející potrubím **25** se spojuje s předním podílem z frakcionačního zařízení **15** procházejícím potrubím **16** a směs obou předních podílů se vede potrubím **26**. Tato směs se dále spojuje s předním podílem z frakcionačního zařízení **19** a směs všech tří předních podílů je vstupním desorbentovým proudem **9** recirkulována do zóny **3**.

První desorbent, druhý desorbent a čisticí prostředek z vnějších zdrojů mohou být při zahájení nebo během procesu přiváděny potrubími **27**, resp. **28**, resp. **29**.

Příklad

Příklad se uvádí pro ilustraci způsobu podle vynálezu a uvádění jednotlivých provozních podmínek, průtoků a složení není zamýšleno jako omezení rozsahu vynálezu. Příklad se vztahuje na provozní podmínky pro průmyslovou jednotku navrženou pro separaci normálních parafinů z hydrogenované petrolejové frakce.

Adsorpční sekce zařízení obsahuje simulovaný protiproudý kontaktní systém s pevným ložem a rotační ventilové rozdělovací zařízení pro kontinuální uvádění výchozího proudu a desorbentu do kontaktu s adsorbentem umístěným v jednotlivých zónách a pro kontinuální odvádění extraktu a rafinátu z tohoto adsorbentu. Jako adsorbent se používá 100 t Lindeho molekulárních sít 5A, která jsou umístěna ve dvou sériově spojených komorách, z nichž každá je rozdělena na 12 identických loží. Každé lože je opatřeno přepojovacím kohoutem, ke kterému

je připojeno přepojovací potrubí, kterým materiál přichází do lože nebo z něho odchází v souladu se stanoveným cyklem operací. Doba cyklu pro rotační ventil (neboli pro jeden operační cyklus) je 50 minut. Používá se čtyřzónového systému; zóna **1**, **2**, **3** obsahují každá 7 loží adsorbentu a zóna **4** obsahuje 3 lože adsorbentu. Provozní teplota v komoře adsorbentu činí 177 °C a tlak 2,45 MPa, přičemž adsorpce a desorpce se provádějí v kapalně fázi. Pro výrobu extraktu (normální parafiny) obsahujícího méně než 0,05 hmotových % výchozích aromatů se používá dvou desorbentů. První je tvořen směsí C₈ aromatů, které vstupují do zóny **2** ve směsi s isooktanem jako čisticím prostředkem. Směs vstupující do zóny **2** obsahuje asi 70 objemových % isooktanu a asi 30 objemových % C₈ aromatů a maximálně asi 1 objemové % druhého desorbentu. Během ustáleného procesu činí průtok této směsi 15,2 m³/h. Druhý desorbent je tvořen normálním pentanem. Směs asi 60 objemových % normálního pentanu a asi 40 objemových % isooktanu jako zředovadla a maximálně 0,1 objemového % prvního desorbentu prochází do zóny **3**. Během ustáleného procesu činí průtok této směsi 34,5 m³/h. Průtok výchozího proudu do zóny **1** je 27,4 m³/h, průtok výstupního extraktivního proudu ze zóny **3** je 35,1 m³/h a průtok výstupního rafinátového proudu ze zóny **1** je 40,0 m³/h.

Pokud jde o část procesu zahrnujícího frakcionaci a recirkulaci desorbentu, 35,1 m³/h výstupního extraktivního proudu směřuje do frakční kolony pro extrakt, která produkuje 18,4 m³/h předního podílu, 10,1 m³/h bočního podílu a 6,5 m³/h spodního podílu. Přední podíl obsahuje 67,0 % molárních normálního pentanu a 33,0 % molárních isooktanu; boční podíl obsahuje 13,0 % molárních normálního pentanu, 73,6 % molárních isooktanu a 13,4 % molárních C₈ aromatů a extraktivní proud obsahuje asi 99 % molárních parafinů. Kolona pro extrakt má vnitřní průměr 1800 mm a obsahuje 50 pater ventilového typu v odstupech 600 mm, přičemž výstupní extraktivní proud se uvádí do patra 34 a boční podíl se odvádí z patra 20. Provozní tlaky činí asi 0,14, 0,154 a 0,182 MPa tlaku a provozní teploty 101, 122 a 257 °C v hlavě kolony, na patře s výstupem bočního podílu, resp. ve spodní části kolony. Výstupní rafinátový proud o průtoku 40,0 m³/h směřuje do frakční kolony pro rafinát, která produkuje 12,1 m³/h předního podílu, 6,9 m³/h bočního podílu a 21,0 m³/h spodního podílu. Přední podíl obsahuje 66,7 % molárních normálního pentanu a 33,3 % molárních isooktanu, boční podíl obsahuje 6,9 % molárních normálního pentanu, 42,9 % molárních isooktanu a 50,2 % molárních C₈ aromatů a spodní podíl obsahuje 1,2 % molárních normálních parafinů, 29,2 % molárních naftenů, 45,0 % molárních výchozích isoparafinů a 24,6 %

molárních výchozích aromatů. Kolona pro rafinát má vnitřní průměr 2200 mm a obsahuje 60 pater ventilového typu v odstupech 600 mm, přičemž výstupní rafinátový proud se přivádí do patra 38 a boční podíl se odvádí z patra 20. V hlavě kolony je provozní přetlak 0,14 MPa a teplota 101 °C, na patře s výstupem bočního podílu je přetlak 0,154 MPa a teplota 138 °C a ve spodní části kolony je přetlak 0,189 MPa a teplota 270 °C.

Extraktový boční podíl a rafinátový boční podíl spolu s 2,0 m³/h směsí isooktanu a C₈ aromatů, používané jako těsnění pro rotační ventil, procházejí ve směsi do frakční kolony pro štěpení desorbentu, která produkuje 3,9 m³/h předního podílu a 15,2 m³/h spodního podílu. Přední podíl obsahuje 44,6 %

molárních normálního pentanu a 45,4 % molárních isooktanu a spodní podíl obsahuje 62,2 % molárních isooktanu a 37,8 % molárních C₈ aromatů. Kolona pro štěpení desorbentu má vnitřní průměr 100 mm a obsahuje 25 pater ventilového typu v odstupech 600 mm; směs se do kolony přivádí na patře 16. V hlavě kolony je provozní přetlak 0,175 MPa a teplota 119 °C a ve spodní části kolony je přetlak 0,233 MPa a teplota 156° Celsia. Spodní podíl z kolony pro štěpení desorbentu se recirkuluje do zóny 2 adsorpční sekce a přední podíl z kolony pro štěpení desorbentu spolu s předními podíly z kolon pro extrakt a pro rafinát se recirkuluje do zóny 3 adsorpční sekce.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob separace normálních parafinů ze směsi obsahující normální parafiny a isoparafiny s asi 6 až asi 30 uhlíkovými atomy v molekule s použitím adsorbentu tvořeného zeolitem 5A, při kterém se v prvním stupni vytvoří přímý tok kapaliny kolonou se sloupcem adsorbentu v jednom směru, přičemž kolona obsahuje alespoň tři zóny s oddělenými provozními funkcemi, které jsou sériově propojeny a spojeny s koncovými zónami kolony, takže je zajištěno kontinuální propojení uvedených zón, ve druhém stupni se v koloně vytvoří adsorpční zóna tvořená adsorbentem umístěným mezi vstupem výchozího proudu na začátku této zóny a výstupem rafinátového proudu na konci této zóny, ve třetím stupni se přímo před uvedenou adsorpční zónou vytvoří čistící zóna tvořená adsorbentem umístěným mezi výstupem extraktového proudu na začátku této zóny a uvedeným vstupem výchozího proudu na konci této zóny, přičemž v čistící zóně je umístěn vstup proudu čistícího prostředku před uvedeným vstupem výchozího proudu, ve čtvrtém stupni se přímo před uvedenou čistící zónou vytvoří desorpční zóna tvořená adsorbentem umístěným mezi vstupem desorpčního proudu na začátku této zóny a uvedeným výstupem extraktového proudu na konci této zóny, v pátém stupni se do čistící zóny uvede čistící prostředek tvořený sloučeninou rafinátového typu, v šestém stupni se výchozí proud suroviny uvede do adsorpční zóny za podmínek adsorpce pro provedení selektivní adsorpce normálních parafinů adsorbentem, přičemž se z adsorpční zóny odvádí rafinátový výstupní proud tvořený isoparafiny, čistícím prostředkem a níže popsaným desorbentem, v sedmém stupni se do desorpční zóny uvede za podmínek desorpce desorbent o teplotě varu odlišné od teploty varu normálních parafinů ve výchozí směsi pro odstranění normálních parafinů z adsorbentu v desorpční zóně, přičemž se z desorpční

zóny odvádí výstupní extraktový proud tvořený normálními parafiny, čistícím prostředkem a desorbentem, v osmém stupni se alespoň část výstupního extraktového proudu z desorpční zóny uvede do prvního frakcionačního zařízení, kde se frakcionuje za podmínek první frakcionace, přičemž vzniká první přední podíl tvořený směsí čistícího prostředku a desorbentu a první spodní podíl tvořený normálními parafiny, v devátém stupni se alespoň část rafinátového výstupního proudu z adsorpční zóny uvede do druhého frakcionačního zařízení, kde se frakcionuje za podmínek druhé frakcionace, přičemž vzniká druhý přední podíl tvořený směsí čistícího prostředku a desorbentu a druhý spodní podíl tvořený isoparafiny, v desátém stupni se ve třetím frakcionačním zařízení za podmínek třetí frakcionace rozděljuje směs čistícího prostředku a desorbentu z první a druhé frakcionace za vzniku třetího předního podílu tvořeného desorbentem a třetího spodního podílu tvořeného čistícím prostředkem, v jedenáctém stupni se alespoň část třetího předního podílu recirkuluje do desorpční zóny, ve dvanáctém stupni se alespoň část třetího spodního podílu recykluje do čistící zóny, ve třináctém stupni se uvedenou kolonou s částicemi adsorbentu periodicky nechá postupovat ve směru po proudu, vztaženo na směr toku v adsorpční zóně, výchozí vstupní proud, výstupní rafinátový proud, vstupní proud desorbentu a výstupní extraktový proud, přičemž se uvedené zóny posunují podél hmoty adsorbentu a vznikají výstupní proudy extraktu a rafinátu, vyznačující se tím, že se v prvním stupni z uvedeného prvního nebo druhého frakcionačního zařízení odvádí boční podíl tvořený čistícím prostředkem a desorbentem, který má nižší koncentraci desorbentu než první přední podíl i druhý přední podíl, ve druhém stupni se alespoň část tohoto bočního podílu uvádí do třetího frakcionačního zařízení, kde se za podmínek

frakcionace rozděljuje za vzniku uvedeného třetího předního podílu a uvedeného třetího spodního podílu a ve třetím stupni se alespoň část třetího předního podílu, alespoň část prvního předního podílu a alespoň část druhého předního podílu smísí a tato směs se uvádí do desorpční zóny.

2. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že se přímo před uvedenou desorpční zónou

vytvoří tlumicí zóna, tvořená adsorbentem umístěným mezi vstupem desorbentového proudu na konci této zóny a mezi výstupem rafinátového proudu na začátku této zóny.

3. Způsob podle bodu 1 vyznačující se tím, že adsorpce a desorpce se provádí za teploty 40 až 250 °C a za tlaku v rozmezí od 0,1 MPa do přetlaku 3,5 MPa.

1 list výkresů

