



Patent dodatko-
wy do patentu: _____

Kl. 12r, 1/02

Zgłoszono: 05. IV. 1962 (P 98 644)

Pierwszeństwo: 23. X. 1961 Francja

MKP

UKD

Opublikowano: 14. X. 1965

Właściciel patentu: Société pour l'Exploitation des Procédés AB —
DER — Halden, Nancy (Francja)

Sposób destylacji ciągłej smoł

1

Wynalazek dotyczy sposobu destylacji smoł, szczególnie sposobu destylacji ciągłej smoł kokosowniczych.

Smoła, która jest ubocznym produktem destylacji węgla i którą zbiera się w trakcie oziębiania gazów, stanowi złożoną mieszaninę dużej liczby ciał, które są produktami podstawowymi w przemyśle chemicznym (benzol, fenole, pirydyny, nadtalen, antracen, różne oleje, kreozot, smoła itd.). Te różne produkty znajdują się w frakcjach oddzielanych z destylacji smoły.

Destylację smoły poprzedza zwykle odwodnienie, w trakcie którego oddziela się wodę od smoły jakimkolwiek sposobem fizycznym, (destylacja pod ciśnieniem lub odparowanie wody).

Odwodnioną smołę ogrzewa się, następnie oleje oddziela w całości w fazie parowej w urządzeniu pracującym pod ciśnieniem atmosferycznym lub pod zmniejszonym, nasycza się parą biorącą udział w odparowywaniu olejów i wyczerpywaniu pozostałości składającej się ze smoły. Potrzebnego ciepła dostarcza smoła przegrzana w rurowym kotle destylacyjnym przez bezpośrednie ogrzewanie urządzenia lub przez ogrzewanie pośrednie (krażenie smoły).

Pary olejów i parę wodną przesyła się do podstawy kolumny do destylacji frakcjonowanej, która oddziela pożądane frakcje.

Znany ten sposób posiada różne niedogodności:

a) destylacja wszystkich olejów w jednej ope-

2

racji prowadzi do przegrzewania frakcji destylujących w niskiej temperaturze, które mieszają się z olejami destylującymi w wysokiej temperaturze;

b) destylacja wszystkich frakcji olejów w kolumnie destylacyjnej jest szkodliwą dla wydajności urządzenia i jakości otrzymanych końcowych produktów.

Sposób destylacji ciągłej smoł według wynalazku eliminuje wszystkie niedogodności związane z metodami znanymi przy czym otrzymuje się produkty końcowe o wysokiej jakości.

Sposób według wynalazku polega na ciągłym wprowadzaniu smoły do pierwszej strefy odparowywania, w której zostają oddzielone wszystkie lekkie frakcje smoły. Smołę uwolnioną od lekkiej frakcji wprowadza się do drugiej strefy odparowywania, w której oddzielają się frakcje ciężkie.

Inna cecha wynalazku polega na oddzieleniu z jednej strony frakcji lekkich od siebie, a z drugiej strony na oddzieleniu od siebie frakcji ciężkich, w kolumnach do frakcjonowanej destylacji oddzielnych, lecz tak połączonych ze sobą, że pary opuszczające wierzchołek strefy frakcjonowania frakcji ciężkich, przechodzą do podstawy kolumny do frakcjonowania frakcji lekkich i ciecz pochodząca z podstawy tej ostatniej kolumny jest przesyłana na wierzchołek kolumny do destylacji frakcji ciężkich.

Surową smołę odwadnia się w strefie odwod-

nienia, przed wprowadzeniem do pierwszej strefy odparowywania, lecz to odwadnianie nie jest niezbędnie potrzebne i można ewentualnie o ile to jest dopuszczalne ze względu na właściwości smoły, przesyłać wprost uwodnioną smołę do pierwszej strefy odparowywania.

Inne właściwości i korzyści wynikające z wynalazku będą wykazane w dalszej części opisu w oparciu o rysunek.

* Rysunek ma na celu jedynie przykładowe wyjaśnienie wynalazku i przedstawia schemat urządzenia do destylacji ciągłej smoły sposobem według wynalazku.

Ciekłą surową smołę wprowadza się przewodem 1 i przeprowadza przez wymiennik ciepła 2, w którym jest ogrzewana z parami pochodzącymi z kolumny do frakcjonowania frakcji lekkich, wprowadzanymi przewodem 3. Surową smołę doprowadzoną do temperatury 70–80°C przeprowadza się przewodem 4 poprzez wymiennik ciepła 5, w którym ogrzewa się za pomocą gorących olejów, opuszczających kolumny destylacji frakcjonowanej, do temperatury około 120°C. W ten sposób ogrzaną surową smołę prowadzi się przewodem 6 do strefy odwodniania 7 stanowiącej znane urządzenie odwodniające, w którym smołę utrzymuje się w temperaturze 140°C pod ciśnieniem atmosferycznym. W tym urządzeniu odparowuje się woda z lekkimi produktami, zawartymi w smole. Utworzone pary wychodzą przewodem 8 kondensują się, wodę dekantuje się w rozdzielaczu 9 i oleje lekkie, które były porwane zawraca się do urządzenia odwodniającego przewodem 10.

Odwodnioną smołę opuszcza urządzenie odwodniające 7 przewodem 11, który posiada rozdzielacz 12, dzięki któremu część odwodnionej smoły można pompować pompą 13 i przeprowadzać przez wymiennik ciepła 14, w którym ogrzewa się za pomocą smoły pochodzącej z drugiej strefy odparowywania. Smołę opuszczającą wymiennik ciepła 14 o temperaturze 190–200°C zawraca się przewodem 15 do urządzenia odwodniającego 7, w którym oddaje ciepło potrzebne do utrzymania tego urządzenia w temperaturze pożądanej do funkcjonowania.

Odwodnioną smołę, opuszczającą urządzenie odwodniające 7 przewodem 11, pompuje się pompą 16 i prowadzi poprzez węzownicę grzejną 17, w której doprowadza się ją do temperatury 250°C, na przykład za pomocą spalin z pieca do ogrzewania instalacji, jak to będzie wyjaśnione dalej. Smoła opuszcza węzownicę 17 przewodem 18, który ją prowadzi do pierwszej strefy odparowywania 19. Rozdzielacz 50, umieszczony na przewodzie 18 umożliwia części ogrzanej i odwodnionej smoły powrót z powrotem do urządzenia odwodniającego 7, przewodem 51, o ile potrzebne jest dodatkowe ciepło do odwodnienia (w przypadku wyjątkowo dużej ilości wody w smole). Jeżeli nie jest pożądane odwodnienie surowej smoły posyła się ją wprost od wyjścia z wymiennika 2 do strefy odparowywania 19, bez przeprowadzania przez urządzenie pośrednie.

Pierwsza strefa odparowywania 19 składa się z właściwej strefy odparowywania, strefy zatrzymania porywania par i strefy usuwania par z nad pozostającą cieczą; strefa odparowywania 19 zwykle pracuje pod ciśnieniem atmosferycznym w temperaturze około 300°C. Frakcje lekkie opuszczają strefę odparowywania 19 i przechodzą przewodem 20 do kolumny destylacji frakcjonowanej 21, której działanie będzie opisane dalej.

Smoła uwolniona od frakcji lekkich opuszcza strefę 19 przewodem 22 i pompuje się ją za pomocą pompy 23 przesyłając przez węzownicę grzejną 24, skąd wychodzi ogrzana do temperatury 390–400°C. Dalej smoła przechodzi przez zawór rozprężający 25 do drugiej strefy odparowywania 26.

Rozdzielacz 27 umieszczony w górę od pompy 23 na przewodzie 22 umożliwia dzięki pompie 28 przesyłanie części smoły uwolnionej od frakcji lekkich przez węzownicę grzejną 29 w której zostaje ogrzana do temperatury 350–360°C i zawraca przewodem 30 do pierwszej strefy odparowywania 19, gdzie dostarcza ciepła potrzebnego do odparowywania frakcji lekkich (benzol, olej karbolowy, olej naftalenowy i części oleju płuczkowego). Ilość smoły przechodzącej przez węzownicę 29 stanowi w przybliżeniu dwukrotną ilość w stosunku do nominalnej ilości smoły.

Węzownice 24 i 29 są ogrzewane albo palnikiem gazowym lub olejowym (przez promieniowanie cieplne) lub gorącymi spalinami, wytwarzanymi przez niezależne palenisko (przez konwekcję cieplną) lub za pomocą innego odpowiedniego środka. Pary pochodzące z tych węzownic dostarczają ciepła węzownicy grzejnej 17 uprzednio wymienionej.

Smoła przechodząca przez węzownicę 24, za pomocą zaworu 25 jest utrzymywana pod ciśnieniem, które chroni przed odparowywaniem olejów, co jest możliwe dzięki temu, że frakcje lekkie zostały już usunięte w strefie odparowywania 19.

Druga strefa odparowywania 26 składa się również z właściwej strefy odparowywania, strefy zatrzymania porywania par i strefy usuwania par z nad cieczą. Odparowywanie jest zapewnione za pomocą przegrzanej do temperatury 350°C pary wodnej, doprowadzanej przewodem 31 do strefy 26 w ilości wynoszącej 4–5% ilości smoły surowej. W tej strefie 26, odparowuje się wszystkie oleje lub frakcje ciężkie, które opuszczają strefę przewodem 32 i przechodzą do podstawy kolumny destylacji frakcjonowanej 33. Pozostałość spływa przewodem 34, który doprowadza ją do wymiennika ciepła 14, gdzie ogrzewa smołę zawracającą z urządzenia odwodniającego jak już poprzednio podano, po czym usuwa się ją przewodem 35.

Kolumny destylacji frakcjonowanej 21 i 33 złożone są na przykład z zespołu półek do barbotowania (20–50 lub więcej w zależności od pożądanego stopnia frakcjonowania). Są one połączone między sobą za pomocą dwóch przewodów: jeden — 36 przenosi pary opuszczające wierzchołek kolumny 33 do podstawy kolumny 21, a drugi — 37 przewodzi ciecz pochodzącą z podstawy kolum-

ny 21 do wierzchołka kolumny 33 za pomocą niepokazanej na rysunku pompy. Rozdzielacz 38 umieszczony na przewodzie 37 umożliwia przesyłanie przewodem 39 części tej cieczy do pierwszej strefy odparowywania 19, ażeby mogła ulec znowu odparowywaniu i dostarczyć kolumnie destylacji frakcjonowanej 21 dodatkowych ilości ciepła, dających zwiększone orosienie wewnętrzne.

Połączenie szeregowo kolumn destylacji frakcjonowanej 21 i 33 umożliwia korzystanie z odcieku z kolumny 33, który dodaje się do odcieku z kolumny 21 i polepszenie w ten sposób wyosobnienia frakcji lekkich i wykorzystanie tej samej grupy urządzenia kondensującego dla obu kolumn.

Z podstawy kolumny 33 usuwa się olej antracenowy przewodem 40. Ze środka tej kolumny usuwa się olej płuczkowy przewodem 41 (na przykład olej ten destyluje w temperaturze 235—290 °C, lecz granice te w razie życzenia mogą być zmodyfikowane). Dzięki sposobowi według wynalazku oleje te są uwolnione od produktów lekkich, które zostały oddzielone w strefie odparowywania 19, to znaczy znacznie wcześniej przed destylacją olejów.

Jak już poprzednio podano, pary opuszczające wierzchołek kolumny 33 przechodzą przewodem 36 do podstawy kolumny destylacji frakcjonowanej 21 frakcji lekkich. Ze środka kolumny 21 odprowadza się surowy naftalen przewodem 42. Sposób według wynalazku umożliwia otrzymywanie surowego naftalenu, mającego temperaturę topnienia 70 °C, który po przemyciu ługiem sodowym daje produkt topniejący w 75 °C, będący 90%-owym naftalenem. Sposób według wynalazku pozwala na usunięcie przewodem 42 dużej ilości naftalenu wynoszącej 85—90% całej ilości naftalenu w smołę, co jest bardzo korzystne. Z górnej części kolumny 21 odciąga się frakcję oleju karbolowego przewodem 43. Olej ten destyluje w temperaturze na przykład 160—200 °C, lecz naturalnie można te granice destylacji dowolnie przesunąć.

Pary lekkie składające się z frakcji benzolowej opuszczają kolumnę 21 przewodem 3 z wierzchołka kolumny i przechodzą, jak już podano do wymiennika ciepła 2, gdzie ogrzewają smołę surową wchodzącą do urządzenia.

Po wyjściu z wymiennika 2 pary lekkie przechodzą przez chłodnicę 44, po czym przez odstojnik 45, w którym woda rozdziela się od benzolu. Benzol pompuje się pompą 46 i przesyła przewodem 47 do głowicy kolumny 21. Usuwa się go z urządzenia za pomocą rozdzielacza 48, umieszczonego na przewodzie 47 i przesyła do przewodu usuwającego 49. Benzol stanowi frakcję destylującą w temperaturze 0°—160 °C (przy czym tak samo można granice temperatur zmieniać).

Sposób według wynalazku daje następuje korzyści:

Oddzielanie olejów lub frakcji lekkich smoły w niskiej temperaturze, co pozwala na uniknięcie rozkładu ich przez wysokie temperatury.

Otrzymywanie frakcji ciężkich uwolnionych od produktów lekkich.

Zwiększanie dowolne orosienia wewnętrznego w kolumnie destylacji frakcjonowanej, frakcji lekkich, dzięki zawracaniu oleju do pierwszej strefy odparowywania przewodem 39, co pozwala na polepszenie jakości frakcji lekkich.

Odzyskiwanie całego ciepła o równym potencjale, przy czym ogrzewanie smoły jest progresywne od początku do końca procesu i odparowywanie olejów zachodzi w dwóch stadiach, we wzrastającej temperaturze.

Frakcjonowanie olejów w dwóch oddzielnych kolumnach, co pozwala na dostosowanie ich do przepływu cieczy i par.

Smołę utrzymuje się zawsze w temperaturze niższej od jej odparowywania, wskutek tego odparowywanie nie występuje w rurach (odparowywanie pociągłoby za sobą ryzyko koksowania).

Dostarczanie ciepła jest zapewnione z jednego lub dwóch źródeł ciepła zasilających węzownice grzejne 24 i 29, reszta potrzebnego ciepła jest otrzymywana przez rekuperację.

Sposób według wynalazku jest zwłaszcza dostosowany do destylacji smół otrzymanych przez koksowanie węgla lub lignitów w których znajduje się duża ilość olejów lekkich, szczególnie wrażliwych na podwyższoną temperaturę. W tym przypadku frakcja naftalenu jest zastąpiona przez frakcje oleju średniego.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób destylacji ciągłej smół, **znamienny tym**, że w sposób ciągły wprowadza się smołę do pierwszej strefy odparowywania, w której oddziela się zasadniczo wszystkie frakcje lekkie i następnie wprowadza się smołę uwolnioną od frakcji lekkich do drugiej strefy odparowywania, w której oddziela się frakcje ciężkie smoły, przy czym frakcje lekkie opuszczające pierwszą strefę odparowywania oddziela się od siebie w pierwszej kolumnie frakcjonującej, a frakcje ciężkie opuszczające drugą strefę odparowywania oddziela się od siebie w drugiej kolumnie frakcjonującej, a kolumny te są połączone ze sobą tak, że pary opuszczające wierzchołek drugiej kolumny dostają się do podstawy pierwszej kolumny natomiast ciecz opuszczająca podstawę pierwszej kolumny zostaje przesłana do wierzchołka drugiej kolumny.
2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wszystkie operacje prowadzi się pod ciśnieniem atmosferycznym.
3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że surową smołę odwodnia się przed wprowadzeniem jej do pierwszej strefy odparowywania.
4. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ciepło potrzebne w pierwszej strefie odparowywania dostarcza się podnosząc temperaturę tej części smoły, która opuszcza tę strefę uwolnioną od frakcji lekkich i następnie ponownie wprowadzając tę część do pierwszej strefy odparowywania.
5. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że w pierwszej strefie odparowywania utrzymuje

się temperaturę smoły około 300 °C, a w drugiej strefie odparowywania około 350 °C.

6. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że utrzymuje się smołę między strefami i podczas obiegów w temperaturze niższej od temperatury odparowywania.

7. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że do pierwszej strefy odparowywania wprowadza się ponownie część cieczy opuszczającej podstawę kolumny frakcjonującej frakcje lekkie

w celu dostarczenia dodatkowego ciepła do tej kolumny.

8. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że z pierwszej kolumny odprowadza się frakcję benzolową, frakcję oleju karbolowego oraz frakcję surowego naftalenu.

9. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że z drugiej kolumny odprowadza się frakcję oleju płuczkowego oraz olej antracenowy.

