



(12)

BREVET DE INVENTIE

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **140019**

(22) Data de depozit: **02.06.89**

(30) Prioritate:

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.12.93 BOPI nr. 12/93

(45) Data publicării brevetului:
BOPI nr.

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 102582

(71) Solicitant: **Combinatul Petrochimic Midia, Năvodari, județul Constanța, RO**

(73) Titular: **S.C. Petromidia S.A., Năvodari, județul Constanța, RO**

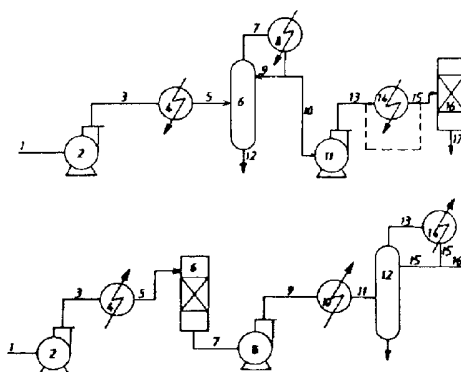
(72) Inventatori: **Borș Constantin, Russu Radu, Lipkovics Robert Tiberiu, Olteanu Bujor, Roncea Constantin, Glogovețean Iacob, Nicolcioiu Alexandru, Lelia Tudor, RO**

(54) **Procedeu de stabilizare a calității desorbentului din instalațiile de separare a *para* - xilenului și instalație de realizare a acestuia**

(57) **Rezumat:** Invenția prezintă un procedeu continuu, pentru menținerea calității desorbentului utilizat la obținerea paraxilenului, separat pe site moleculare și o instalație aferentă acestui procedeu. Desorbentul este regenerat continuu, prin tratare cu pământ decolorant, precedată sau urmată de distilare. Instalația prezintă, ca utilaje principale, un turn de purificare și o coloană de distilare.

Revendicări: 2

Figuri: 2

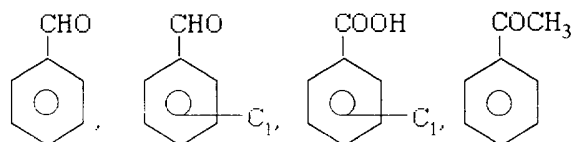


Prezenta invenție se referă la un procedeu de stabilizare a calității desorbentului din instalațiile de separare a paraxilenului dintr-un concentrat xilenic, pe site moleculare și la o instalație pentru realizarea acestuia.

Se știe că stabilizarea calității desorbentului este necesară în instalațiile de separare a paraxilenului pe site moleculare, întrucât sita moleculară, pe care se adsoarbe paraxilenul este sensibilă la diferite impurități din materia primă și din desorbentul folosit, fapt ce impune anumite limite pentru concentrația impurificatorilor posibili. În desorbent, limita pentru concentrația impurificatorilor posibili este:

- sulf

1 ppm



Sunt cunoscute numeroase procedee de separare a paraxilenului pe site moleculare, de diferite proveniențe, care folosesc desorbenti de natură diferită și care utilizează instalații și procedee de regenerare a desorbentului discontinue și periodice. Zestrea de desorbent este utilizată în ciclurile de fabricație și periodic, la oprirea instalației, se supune regenerării întreaga zestre.

Aceste procedee prezintă dezavantajul că produsele acumulate în desorbent, cresc în timp, pot înfunda porii sitelor moleculare, capacitatea de separare a paraxilenului scade și în consecință scade capacitatea de producție a instalației, concomitent cu puritatea paraxilenului, produs finit. Mai mult decât atât, regenerarea discontinuă, nu poate asigura revenirea adsorbentului - sita moleculară - la capacitatea inițială, chiar dacă se asigură îndepărtarea dorită a impurităților din el, din cauza blocării ireversibile a porilor în

- azot 1 ppm
- clor 20 ppm
- apă 40 ppm
- indice de brom (olefine) 20 mg/100 g
- carbonili 2 ppm
- aromate grele 0,6 %

Depășirea limitei la apă determină dezactivarea reversibilă a sitei moleculare, iar reactivarea este de lungă durată și cu implicații asupra cantității și calității produsului finit.

Depășirea limitei la ceilalți impurificatori determină formarea de produși de policondensare, care duc la blocarea ireversibilă a sitei moleculare. Aceasta este favorizată de prezența urmelor de fier și a unor compuși de oxidare, etc, ca:

timpul folosirii desorbentului cu impuritățile secundare în el.

Regenerarea discontinuă și periodică mai prezintă dezavantajul opririi producției de paraxilen în perioada regenerării.

Procedeul conform invenției înlătură dezavantajele menționate prin aceea că, se supune regenerării o cotă parte, reprezentând 1 ... 10% din acesta, de preferință 2 ... 5%, pământ decolorant, la o viteză volumară de 0,5 ... 6,0 h⁻¹, de preferință 1,0 ... 4,0 h⁻¹, la temperatura de 120 ... 160°C, de preferință 140 ... 155°C și la o presiune de 3 ... 12 bari, de preferință 7 ... 11 bari, precedat sau urmat de o distilare a acestuia, la presiune atmosferică, cu o rație de reflux de 3,0 ... 0,2/1, de preferință 0,5 ... 0,2/1 și temperatura la vârful coloanei de 175 ... 210°C, de preferință 180 ... 190°C.

Instalația pentru realizarea procedeeului conform invenției este constituită dintr-un turn de purificare cu raportul H/D 2,0 ... 4,0/1, de preferință 3,5 ... 4,0/1 și o coloană

de distilare sau postdistilare a produsului ce urmează să treacă sau a trecut în turnul de purificare, cu 28 ... 35 talere, de preferință 30 ... 32 talere, legate între ele prin elemente constructive uzuale pentru transportul fluidelor.

Procedeul și instalația, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- înlătură impurificatorii din desorbent, care pot bloca porii adsorbantului-sita moleculară;

- mărește capacitatea de producție a instalației concomitent cu puritatea paraxilenului, produs finit;

- asigură menținerea adsorbantului-sita moleculară la capacitatea inițială;

- necesită consum energetic mai redus, procedeul fiind continuu.

În continuare, se dau exemple de realizare a invenției, în legătură cu fig. 1 și 2, care reprezintă schema de principiu a instalației în care se desfășoară procedeul, în două variante.

Exemplul 1 (fig. 1). Într-o instalație de separare a paraxilenului care folosește ca desorbent un amestec de dialchilaromate și *n*-parafine în raport 7/3, care are zestrea de desorbent de 300 t, se introduce, printr-o conductă 1, cu o pompă 2, o cantitate de 30 t desorbent, impurificat cu:

- olefine (indice de brom) 60 mg/100 g;
- carbonile 70 pm;
- aromate grele 1,1%.

Desorbentul preluat se pompează printr-o conductă 3, printr-un preîncălzitor 4 și apoi printr-o conductă 5, într-o coloană de distilare 6, prevăzută cu 30 talere. Coloana lucrează la o presiune atmosferică și temperatura la vârf de 189°C, cu o rație de reflux de 2:1.

Pe vârful coloanei, printr-o conductă 7, se obține desorbentul purificat de hidrocarburi aromatice grele, care se separă printr-o conductă 12. Acest produs de vârf se condensează într-un condensator de vârf 8 și printr-o conductă 9 se dă ca

reflux, respectiv se preia printr-o conductă 10 și se pompează cu o pompă 11, printr-o conductă 13, printr-un răcitor 14 și o conductă 15 într-un turn de filtrare 16, unde la temperatura de 140°C și presiunea de 7 bari, sunt reținute pe pământ decolorant, olefinele, iar produsul purificat se separă printr-o conductă 17.

Turnul de filtrare are înălțimea de 7,5 m și diametrul de 2,5 m și are o zestre de 15 t pământ decolorant.

Desorbentul regenerat rezultat pe linia 17 are următoarele caracteristici:

- olefine (indice de brom) 16 mg/100 g;
- carbonili 23 ppm;
- aromate grele 0,26%

Exemplul 2 (fig. 1). Se lucrează într-o instalație de separare a paraxilenului, ca în exemplul 1, cu următoarele precizări:

- raportul de dialchilaromate și *n*-parafine este de 7,2/2,8;

- zestrea de desorbent este de 250 t, din care se trece la purificare o cantitate de 12,5 t, impurificată cu:

- olefine (indice de brom) 40 mg/100 g;
- carbonili 50 ppm;
- aromate grele 0,8%;
- coloana de distilare are 32 talere;

- regimul de lucru al coloanei de distilare este: temperatura la vârf 176°C și rația de reflux 0,2:1;

- turnul de filtrare conține 12,5 t pământ decolorant;

- regimul de lucru în turnul de filtrare este: temperatura 150°C și presiunea 6 bari;

- înălțimea turnului de purificare este 8 m și diametrul 2,3 m.

Desorbentul purificat, separat prin conductă 17 are următoarele caracteristici:

- olefine (indice de brom) 10 mg/100 g;
- carbonili 12 ppm;
- aromate grele 0,09%.

Exemplul 3 (fig. 1). Într-o instalație de separare a paraxilenului, ca în exemplele 1 și 2, se procedează ca în cazul acestor exemple, cu următoarele precizări:

- raportul de dialchilaromate și *n*-parafine

este de 6,8/3,2;

- zestrea de desorbent este 320 t, din care se trece la purificare o cantitate de 3,2 t, impurificată cu:

- olefine (indice de brom) 80 mg/100 g; 5
- carbonili 34 ppm;
- aromate grele 1%;
- coloana de distilare are 28 talere;
- regimul de lucru al coloanei de distilare este: temperatura de vârf 192°C și 10

rația de reflux 0,3:1;

- turnul de filtrare conține 6,4 t pământ decolorant;

- regimul de lucru la turnul de filtrare este 160°C și presiunea 10 bari;

- înălțimea turnului de purificare este 4,8 m și diametrul 2,4 m.

Desorbentul purificat rezultat și colectat prin conducta 17 are următoarele caracteristici:

- olefine (indice de brom) 18 mg/100 g;
- carbonili 10 ppm;
- aromate grele 0,06%.

Exemplul 4 (fig. 1). Într-o instalație de separare a paraxilenului, ca la exemplele 1, 2 și 3, se procedează ca în cazul acestora, cu următoarele precizări:

- raportul de dialchilaromate și *n*-parafine este de 6,0/4,0;

- zestrea de desorbent este de 200 t, din care se trece la purificare o cantitate de 16 t, impurificată cu:

- olefine (indice de brom) 35 mg/100 g;
- carbonili 15 ppm;
- aromate grele 0,7%; 35
- coloana de distilare are 29 talere;

- regimul de lucru al coloanei de distilare este: temperatura la vârf 210°C și rația de reflux 1:1;

- turnul de filtrare conține 2,7 t pământ decolorant;

- regimul de lucru în turnul de filtrare este: temperatura 120°C și presiunea 3 bari;

- înălțimea turnului de purificare este 3,7 m și diametrul 1,6 m.

Desorbentul purificat, colectat prin con-

ducta 17 are următoarele caracteristici:

- olefine (indice de brom) 19 mg/100 g;
- carbonili 12 ppm;
- aromate grele 0,2%.

Exemplul 5(fig. 1). Într-o instalație de separare a paraxilenului, ca în exemplele 1 ... 4, se procedează ca în cazul acestora, cu următoarele precizări:

- raportul de dialchilaromate și *n*-parafine este 6,9/3,1;

- zestrea de desorbent este 350 t, din care se trece la purificare o cantitate de 14 t, impurificată cu:

- olefine (indice de brom) 53 mg/100 g;
- carbonili 24 ppm;
- aromate grele 0,9%;
- coloana de distilare are 30 talere;

- regimul de lucru al coloanei de distilare este: temperatura la vârf 190°C și rația de reflux 0,5:1;

- turnul de filtrare conține 9,8 t pământ decolorant;

- regimul de lucru la turnul de filtrare este 148°C și presiunea 11 bari;

- înălțimea turnului de purificare este 8,4 m și diametrul 2,1 m.

Desorbentul purificat rezultat și evacuat prin conducta 17 are următoarele caracteristici:

- olefine (indice de brom) 14 mg/100 g;
- carbonili 3 ppm;
- aromate grele 0,06%.

Exemplul 6. Într-o instalație de separare a paraxilenului ca în exemplele 1 ... 5, se procedează ca în cazul acestora, cu următoarele precizări:

- raportul de dialchilaromate și *n*-parafine este 7,5/2,5;

- zestrea de desorbent 340 t, din care se trece la purificare o cantitate de 6,8 t, impurificată cu:

- olefine (indice de brom) 25 mg/100 g;
- carbonili 5 ppm;
- aromate grele 0,4%;
- coloana de distilare are 35 talere;

- regimul de lucru al coloanei de distilare

este: temperatura de vârf 185°C și rația de reflux 0,2:1;

- turnul de filtrare conține 9,6 t pământ decolorant;

- regimul de lucru la turnul de filtrare este: temperatura 155°C și presiunea 12 bari;

- înălțimea turnului de purificare este 8,2 m și diametrul 2,1 m.

Desorbentul purificat rezultat și colectat prin conducta 17 are următoarele caracteristici:

- olefine (indice de brom) 7 mg/100 g;
- carbonili 1,4 ppm;
- aromate grele 0,19%.

Exemplul 7 (fig. 2). Într-o instalație de separare a paraxilenului care folosește ca desorbent un amestec de dialchilaromate și *n*-parafine în raport 5,5/4,5, care are zestrea de desorbent de 280 t, se preia printr-o conductă 1 o cantitate de desorbent de 16,8 t impurificat cu:

- olefine (indice de brom) 44 mg/100 g;
- carbonili 8 ppm;
- aromate grele 1,2%.

Desorbentul se pompează cu o pompă 2, printr-o conductă 3, prin răcitor 4 și apoi printr-o conductă 5 într-un turn de filtrare 6, unde la temperatura de 145°C și presiunea de 8 bari are loc îndepărtarea în principal a olefinelor, pe pământ decolorant. Cantitatea de pământ decolorant este de 5,6 t. Turnul de filtrare are înălțimea de 5 m și diametrul de 2 m.

Desorbentul astfel purificat se trece printr-o conductă 7 și cu o pompă 8, printr-o conductă 9, într-un preîncălzitor 10 și apoi, printr-o conductă 11, într-o coloană de distilare 12, prevăzută cu 34 talere, care funcționează la presiune atmosferică, temperatura de la vârful coloanei fiind de 195°C și rația de reflux 0,4/1. În aceste condiții pe vârful coloanei, prin-

tr-o conductă 3 se obține desorbentul purificat de hidrocarburi aromatice grele, care se condensează într-un condensator de vârf 14 și printr-o conductă 15 se refluxează, respectiv se colectează printr-o conductă 16. Printr-o conductă 17 se elimină hidrocarburile aromatice grele.

Desorbentul purificat obținut prin conducta 16 are următoarele caracteristici:

- olefine (indice de brom) 9 mg/100 g;
- carbonili 1,9 ppm;
- aromate grele 0,4%.

Revendicări

1. Procedeu de stabilizare a calității desorbentului din instalațiile de separare a paraxilenului dintr-un concentrat xilenic, pe site moleculare, **caracterizat prin aceea că** se supune regenerării o cotă parte, reprezentând 1 ... 10% din aceasta, de preferință 2 ... 3%, pe pământ decolorant, la o viteză volumară de 0,5 ... 6,0 h⁻¹, de preferință 1,0 ... 4,0 h⁻¹, la temperatura de 120 ... 160°C, de preferință 140 ... 155°C, precedat sau urmat de o distilare a acestuia, la presiune atmosferică, cu o rație de reflux de 3,0 ... 0,2/1 de preferință 0,5 ... 0,2/1 și temperatura la vârful coloanei de 175 ... 210°C, de preferință 180 ... 190°C.

2. Instalație pentru realizarea procedurii desorbentului, conform revendicării 1, **caracterizată prin aceea că** este constituită dintr-un turn de purificare (16), respectiv (6), cu raportul H/D 2,0 ... 4,0/1, de preferință 3,5 ... 4,0/1, și o coloană de distilare sau postdistilare (6), respectiv (12), a produsului ce urmează să treacă sau a trecut în turnul de purificare, cu 28 ... 35 talere, de preferință 30 ... 32 talere, legate între ele prin elemente constructive uzuale pentru transportul fluidelor.

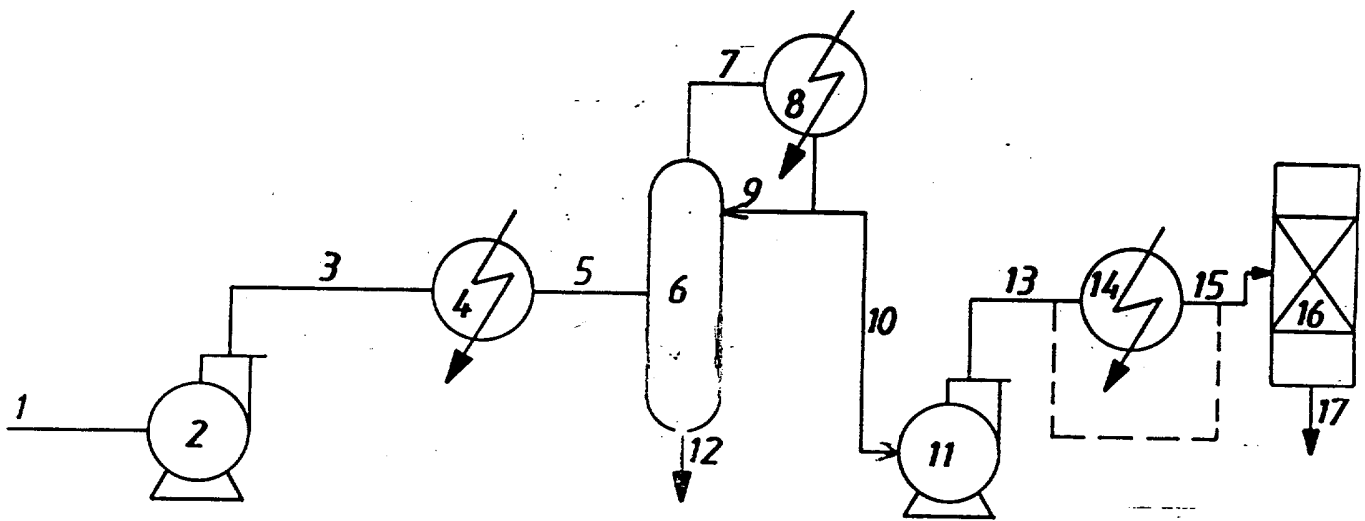


Fig. 1

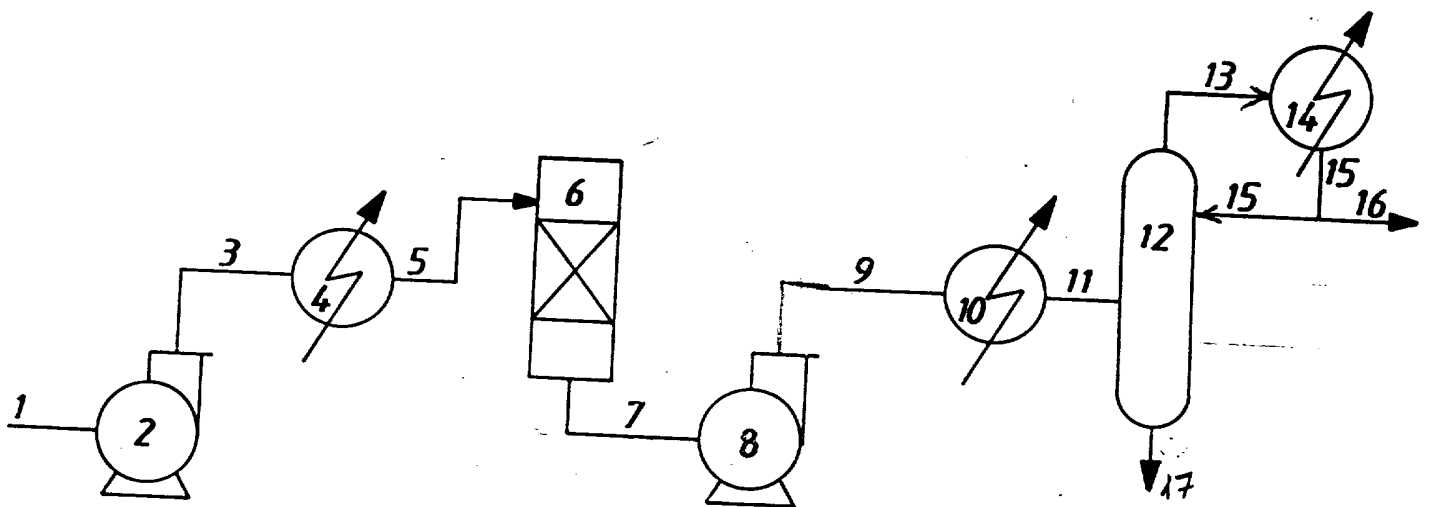


Fig. 2