

(19)



SUOMI - FINLAND

(FI)

PATENTTI- JA REKISTERIHALLITUS
PATENT- OCH REGISTERSTYRELSEN
FINNISH PATENT AND REGISTRATION OFFICE

(10) **FI 943464 A7**

(12) **JULKISEKSI TULLUT PATENTTIHAKEMUS**
PATENTANSÖKAN SOM BLIVIT OFFENTLIG
PATENT APPLICATION MADE AVAILABLE TO THE
PUBLIC

(21) Patentihakemus - Patentansökan - Patent application **943464**

(51) Kansainvälinen patenttiluokitus - Internationell patentklassifikation -
International patent classification
B01D 15/08
C07C 53/00

(22) Tekemispäivä - Ingivningsdag - Filing date **21.07.1994**

(23) Saapumispäivä - Ankomstdag - Reception date **21.07.1994**

(41) Tullut julkiseksi - Blivit offentlig - Available to the public **22.01.1995**

(43) Julkaisupäivä - Publiceringsdag - Publication date **13.06.2019**

(32) (33) (31) Etuoikeus - Prioritet - Priority

21.07.1993 GB 9315081

(71) Hakija - Sökande - Applicant

1 •BP Chemicals Limited, Britannic House, 1 Finsbury Circus, London EC2M 7BA, ISO-BRITANNIA, (GB)

2 •The British Petroleum Company Limited, Britannic House, Moor Lane, London EC2Y 9BU, ISO-BRITANNIA, (GB)

(72) Keksijä - Uppfinnare - Inventor

1 •Tennison, Stephen Robert, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

2 •Watson, Derrick john, United Kingdom, ISO-BRITANNIA, (GB)

(74) Asiamies - Ombud - Agent

Kolster Oy Ab, Salmisaarenaukio 1, 00180 Helsinki

(54) Keksinnön nimitys - Uppfinningens benämning - Title of the invention

Menetelmä aineosien erottamiseksi nestemäisestä seoksesta

Förfarande för separering av komponenter ur en flytande blandning

Menetelmä aineosien erottamiseksi nestemäisestä seoksesta

Tämä keksintö koskee erotusmenetelmää ja erityisesti menetelmää komponenttien erottamiseksi nestemäisestä seoksesta selektiivisellä adsorptiolla käyttäen yhtä tai useampia adsorptiokolonnejä.

US-patentissa 5 026 482 kuvataan menetelmää nestemäisen syöttöraaka-aineen erottamiseksi, joka sisältää adsorboituvampaa komponenttia (A) ja vähemmän adsorboituvaa komponenttia (B), jossa komponentin (A), komponentin (B) ja desorboivan nesteen (D) adsorboituvuus adsorptiokolonniassa olevan adsorptioaineen suhteen on järjestyksessä $D \geq A > B$ systeemissä, joka sisältää useita adsorptiokolonnejä, jotka toimivat kiertojaksossa ennaltamäärätyssä ajoitetussa järjestyksessä jokaisen adsorptiokolonnin sisältäessä adsorptioainetta, joka menetelmä käsittää seuraavat peräkkäiset toimintavaiheet, jotka vaiheet suoritetaan luetellussa järjestyksessä vuorollaan jokaisessa adsorptiokolonnissa:

(a) johdetaan syöttöraaka-aine adsorptiokolonnin läpi ja adsorboidaan selektiivisesti adsorboituvampi komponentti (A) samalla, kun puretaan kolonnista virta, johon komponentti (B) on rikastunut;

(b) huuhdellaan adsorptiokolonne samansuuntaisesti syöttöraaka-aineen kanssa adsorboituvammalla komponentilla (A), jolloin vähemmän adsorboituva komponentti (B) syrjäytyy adsorptiokolonnista, ja poistetaan adsorptiokolonnista virta, joka sisältää adsorboituvamman komponentin (A) ja vähemmän adsorboituvan komponentin (B) seosta;

(c) huuhdellaan adsorptiokolonne nestemäisellä desorboivalla aineella (D), jolloin adsorboituvampi komponentti (A) ja vähemmän adsorboituva komponentti (B) syrjäytetään adsorboivan aineen kerroksesta ja poistetaan adsorptiokolonnista virta, johon komponentti (A) on rikastunut; ja

(d) huuhdellaan adsorptiokolonni komponentilla (B), jolloin desorboiva neste (D) syrjäytyy adsorptiokolonnista, ja poistetaan siitä virta, joka sisältää vähemmän adsorboituvaa komponenttia (B) ja desorboivaa nestettä (D).

5 Valinnaisesti menetelmä käsittää edelleen vaiheet, joissa:

(e) erotetaan vaiheen (c) virta, joka sisältää adsorboituvampaa komponenttia (A) ja desorboivaa ainetta (D), ja käytetään osa erotetusta desorboivasta aineesta (D) desorboivan aineen (D) lähteenä vaiheessa (c); ja

10 (f) erotetaan vaiheen (d) virta, joka sisältää vähemmän adsorboituvaa komponenttia (B) ja desorboivaa nestettä (D), ja käytetään osa erotetusta desorboivasta aineesta (D) desorboivan aineen (D) lähteenä vaiheessa (c).

15 Erään US-patentin 5 206 482 mukaisen esimerkin, jossa adsorboituvuusjärjestys adsorboivan aineen suhteen on järjestyksessä $D > A > B$, sanotaan olevan etikkahapon ja veden erotus, jossa adsorboituvampi komponentti (A) on etikkahappo, vähemmän adsorboituva komponentti (B) on vesi, desorboiva neste (D) on aseton ja adsorboiva aine on aktiivihili.

Vaiheen (d) virran erottaminen, joka virta sisältää (B+D), (D)-rikasteisen ja (B)-rikasteisen virran tuottamiseksi, sanotaan saavutettavan tislaamalla US-patentissa 5 026 482 kuvatussa esimerkissä. Tämä ei kuitenkaan ole täysin tyydyttävää, koska esimerkiksi tällainen tislausvaihe voi olla jossain määrin kallis.

30 Nyt on havaittu, että menetelmässä nestemäisen syöttöraaka-aineseoksen erottamiseksi, joka seos sisältää adsorboituvampaa komponenttia (A) ja vähemmän adsorboituvaa komponenttia (B), jossa komponentin (A), komponentin (B) ja desorboivan nesteen (D) suhteellinen adsorboituvuus adsorptioaineen suhteen on järjestyksessä $D > A > B$, valitsemalla desorboivaksi aineeksi (D) neste, joka on sekoittumaton vähemmän adsorboituvan komponentin (B) kanssa, kom-

35

ponentin (B) ja nestemäisen desorboivan aineen (D) erotus voidaan helposti saavuttaa.

Näin ollen esillä olevan keksinnön mukaisesti aikaansaadaan menetelmä nestemäisen seoksen komponenttien erottamiseksi, joka seos sisältää adsorboituvampaa komponenttia (A) ja vähemmän adsorboituvaa komponenttia (B), jossa komponentin (A), komponentin (B) ja desorboivan nesteen (D) suhteellinen adsorboituvuus adsorptiokolonnissa olevan adsorboivan aineen suhteen on järjestyksessä $D > A > B$, joka menetelmä käsittää järjestyksessä seuraavat vaiheet:

(a) johdetaan nestemäinen seos adsorptiokolonnin läpi, joka sisältää adsorboivaa ainetta ja adsorboidaan selektiivisesti adsorboituvampi komponentti (A) samalla, kun puretaan kolonnista virta, johon komponentti (B) on rikastunut;

(b) huuhdellaan adsorptiokolonnissa oleva adsorboiva aine vaiheen (a) jälkeen desorboivalla nesteellä (D), joka on sekoittumaton vähemmän adsorboituvan komponentin (B) kanssa, jolloin desorboiva aine (D) syrjäyttää adsorboituvamman komponentin (A) adsorptioaineesta, ja poistetaan adsorptiokolonnista ensimmäinen nestefaasivirta, joka koostuu adsorboituvamman komponentin (A) ja vähemmän adsorboituvan komponentin (B) seoksesta, ja poistetaan adsorptiokolonnista toinen nestefaasivirta, joka koostuu nestemäisen desorptioaineen (D) ja adsorboituvamman komponentin (A) seoksesta; ja

(c) syrjäytetään termisesti desorboiva aine (D) adsorptiokolonnissa olevasta adsorboivasta aineesta vaiheen (b) jälkeen.

Vaihe (c) voidaan suorittaa saattamalla adsorboiva aine kosketukseen kuumen kaasun, höyryn ja/tai nesteen kanssa ja/tai kuumentamalla adsorboivaa ainetta suoraan tai epäsuorasti. Edullisesti vaihe (c) suoritetaan saattamalla korotetussa lämpötilassa adsorboiva aine kosketukseen höyryn kanssa, joka sisältää vähemmän adsorboituvaa

komponenttia (B) ja poistamalla adsorptiokolonnista höyry- ja/tai nestevirta, joka sisältää desorboivaa ainetta (D) ja vähemmän adsorboituvaa komponenttia (B). Valinnaisesti desorboiva aine (D) muodostaa aseotroopin vähemmän adsorboituvan komponentin (B) kanssa, jolloin adsorptiokolonnista poistettu höyryvirta koostuu desorboivan aineen (D) ja vähemmän adsorboituvan komponentin (B) aseotroopista. Valinnaisessa lisävaiheessa (d) höyryvirta, joka koostuu desorboivasta aineesta (D) ja vähemmän adsorboituvasta komponentista (B), edullisesti aseotrooppina, joka poistetaan kolonnista vaiheessa (b), kondensoidaan ensimmäisen nestefaasin muodostamiseksi, johon vähemmän adsorboituva komponentti (B) on rikastunut, ja toisen nestefaasin muodostamiseksi, johon desorboiva aine (D) on rikastunut, ja nämä faasit erotetaan. Valinnaisesti vaiheesta (d) saatu ensimmäinen nestefaasi, johon vähemmän adsorboituva komponentti (B) on rikastunut ja joka sisältää myös jonkin verran komponenttia (D) epäpuhtautena, stripataan desorboivan aineen (D) ja komponentin (B) talteenottamiseksi. Valinnaisesti vaiheesta (d) saatu toinen nestefaasi, johon desorboiva aine (D) on rikastunut ja joka sisältää myös jonkin verran komponenttia (B) epäpuhtautena, stripataan vähemmän adsorboituvan komponentin (B) ja desorboivan aineen (D) talteenottamiseksi. Komponentti (D) on sopivaa kierrättää käytettäväksi vaiheessa (b), valinnaisesti prosessoinnin jälkeen, jolla puhtaus saavutetaan takaisin.

Esillä olevassa keksinnössä edellä kuvattu ongelma ratkaistaan käyttämällä desorboivaa nestettä (D), joka on sekoittumaton komponentin (B) kanssa ja joka valinnaisesti muodostaa aseotroopin komponentin (B) kanssa korotetussa lämpötilassa.

Edullisesti silloin kun desorboiva neste (D) on tiheydeltään pienempi kuin adsorboituvampi komponentti (A) ja vähemmän adsorboituva komponentti (B), adsorptiokolonne huuhdellaan vaiheessa (b) desorboivalla nesteellä (D) ala-

suuntaan. Edullisesti silloin, kun desorboiva neste (D) on tiheydeltään suurempi kuin adsorboituvampi komponentti (A) ja vähemmän adsorboituva komponentti (B), adsorptiokolonni huuhdellaan vaiheessa (b) desorboivalla nesteellä (D) yläsuuntaan.

Kaupallisesti toimivassa prosessissa vaiheessa (b) desorboiva aine (D) syrjäyttää edullisesti suuren määrän komponenttia (A) pienellä adsorboivan aineen kolonnin läpi johdetulla desorboivan aineen määrällä. Esimerkiksi vähintään 80 % komponentista (A) tulee syrjäyttää viiteen kerrostilavuuteen adsorboivan aineen kolonnin läpi johdettua desorboivaa ainetta (D). Tämä riippuu sellaisista prosessitekijöistä kuin käytettyjen adsorboivan aineen kolonnien lukumäärästä, jokaisen vaiheen kestoajasta, lämpötilasta, jossa syrjäytysreaktio (c) suoritetaan, komponenttien (A), (B) ja (D) väkevyydestä ja käytetystä adsorboivasta aineesta.

Toinen nestefaasivirta, joka poistetaan adsorptiokolonnista vaiheessa (b) ja joka koostuu desorboivan aineen (D) ja adsorboituvamman komponentin (A) seoksesta, voidaan syöttää esimerkiksi tislausvyöhykkeeseen, jossa desorboivan aineen (D) ja komponentin (A) seos erotetaan komponentiksi (A) ja desorboivaksi aineeksi (D), joka voidaan kierrättää takaisin käytettäväksi tämän keksinnön prosessissa. Edullisimmin valitaan desorboiva aine (D), jonka kiehumispiste on alempi kuin komponentilla (A), komponentin (A) ja desorboivan aineen (D) erottamisen helpottamiseksi tislausvyöhykkeessä.

Desorboiva neste (D) on mikä tahansa sopiva neste, joka on sekoittumaton komponentin (B) kanssa ja muodostaa edullisesti aseotroopin sen kanssa.

Komponentti (D) voi sopivasti olla alkoholi, eetteri, esteri, ketoni tai hiilivety, jolla on vaaditut ominaisuudet. Edullisesti desorboiva aine (D) on di-isopropyylieetteri (DIPE), metyyli-t-butyyлиеetteri, metyyli-

isobutyliketoni tai metyyliasettaatti, kaikkein edullisimmin di-isopropyylieetteri (DIPE). Alhaalla kiehuvia hiilivetyjä, esimerkiksi n-pentaania tai toluenia voidaan myös käyttää. Haluamatta sitoutua mihinkään teoriaan arvellaan, että desorboivat aineet (D), joilla on pieni kolmen komponentin sekoittuvuusalue komponenttien (A) ja (B) kanssa, ovat kaikkein sopivimpia käytettäväksi tämän keksinnön proessissa.

Adsorptiokolonissa käytetty adsorboiva aine voi olla mikä tahansa adsorboiva aine, jonka adsorboituvuusjärjestys desorboivan aineen (D), komponentin (A) ja komponentin (B) suhteen on $(D) > (A) > (B)$, esimerkiksi aktiivihiili, kuten ne, jotka ovat peräisin kookospähkinän kuoresta tai fenolihartsista. Adsorboiva aine on edullisesti erittäin mikrohuokoinen aktiivihiili, joka on edullisesti valmistettu fenolihartsista edullisesti US-patentissa 4 917 835 kuvatun menetelmän mukaisesti. US-patentissa 4 917 835 kuvataan menetelmää muotoillun huokoisen hiilituotteen valmistamiseksi, jossa menetelmässä (a) kovetetaan osittain fenolihartsiseos kiinteäksi aineeksi, (b) hienonnetaan osittain kovetettu hartsi, (c) muotoillaan saatu hienonnettu hartsi ennalta määrättyyn muotoon, (d) sintrataan yhdistetty hartsi niin, että saadaan muotostabiili sintrattu tuote ja (e) hiilletään muotoiltu tuote; kovetusvaiheen (a) lämpötilan ja kestoajan ollessa valittu niin, että saadaan kovettumisaste, joka on riittävä antamaan sintrautuvan tuotteen. US-patentin 4 917 835 mukaan fenolihartsit ovat hyvin tunnettuja materiaaleja. Ne valmistetaan fenolin ja aldehydin, esim. formaldehydin välisellä reaktiolla. Aluksi suoritetaan kondensaatio osittain kondensoidun tuotteen valmistamiseksi. Kondensaatio voidaan suorittaa niin, että saadaan hartsi, joka on täysin kovetettavissa lisäkuumenuksella. Vaihtoehtoisesti kondensaatio voidaan suorittaa novolakkahartsin valmistamiseksi, joka on kovetettavissa ainoastaan, kun lisää

silloitusainetta, esim. heksametyleenitetramiinia (tunnetaan nimellä "heksamiini" tai "heks") sekoitetaan siihen. On edullista käyttää heksamiinilla kovetettuja novolakka-hartseja. US-patentin 4 917 835 mukaan hienonnetun hartsin valmistamiseksi, joka voidaan sintrata tyydyttävästi on välttämätöntä säätää osittaisen kovetusvaiheen lämpötilaa ja kestoaikaa ja mahdollisesti käytetyn silloitusaineen määrää. US-patentin 4 917 835 mukaan sintrausvaihe voidaan suorittaa kohdistamalla lämpöä fenolihartsihiukkasiin, kohdistamalla niihin painetta tai molempien yhdistelmällä. US-patentin 4 917 835 mukaan hiilletys suoritetaan kuumentamalla muotoillut tuotteet yli 600 °C:n lämpötilaan ja kuumennusvaiheen kesto aika voi olla esimerkiksi 1 - 48 tuntia. Hiilletysvaihe voidaan suorittaa ainakin osittain inertissä atmosfäärissä tai alipaineessa ja hiilletty hiili aktivoidaan sen jälkeen. Tyypillisesti tämän keksinnön prosessissa käytettävä aktiivihiihi valmistetaan fenolihartsista johdetusta hiilestä, joka on valmistettu US-patentin 4 917 835 mukaan ja joka on aktivoitu ilmassa, höyryssä ja/tai hiilidioksidissa, edullisesti hiilidioksidissa tai vesihöyryssä, vaikka eräitä kemiallisen aktivoinnin muotoja voidaan käyttää. Aktivointi voidaan suorittaa samanaikaisesti hiilenvalmistuksen hiilletysvaiheen kanssa käyttämällä hiilidioksidia tai vesihöyryä. Edullisesti hiili aktivoidaan 800 °C:ssa hiilidioksidilla. Edullisesti hiili aktivoidaan noin 10 - 50 %:n painohäviöllä.

Mitä tahansa sopivaa painetta, tyypillisesti ilma-kehän painetta voidaan käyttää tämän keksinnön prosessin vaiheisiin (a), (b) ja (c).

Mitä tahansa lämpötilaa voidaan käyttää vaiheisiin (a) ja (b) edellyttäen, että ensimmäisen ja toisen nestefaasin faasien erotusta ylläpidetään vaiheessa (b). Edullisesti, kun desorboiva aine (D) on DIPE, vaihe (b) suoritetaan alle 40 °C:n lämpötilassa ensimmäisen ja toisen nestefaasivirran faasien erotuksen ylläpitämiseksi.

Korotettu lämpötila vaiheessa (c) voidaan saavuttaa saattamalla adsorboiva aine kosketukseen kuumen höyryn ja/tai nesteen kanssa, joka sisältää komponenttia (B) ja/tai kuumentamalla kaasulla ja/tai kuumentamalla erikseen adsorboivaa ainetta suoraan ja/tai epäsuorasti.

Tämän keksinnön prosessi voidaan suorittaa käyttäen yhtä ainoaa adsorptiokolonnia tai edullisesti useita adsorptiokolonneja käytetään kiertojaksoissa vaiheistetuksa suhteessa toinen toisiinsa, kuten alalla tiedetään.

Nestevirtojen virtausnopeudet adsorptiokolonnin läpi kussakin vaiheessa ovat tyypillisiä niitä, jotka alaan perehtyneet henkilöt tietävät, esimerkiksi korkeintaan 10 kerrostilavuutta tunnissa.

Tämän keksinnön erityisen edullisessa toteutusmuodossa aikaansaadaan menetelmä (A) yhden tai useampien karboksyylihapojen, joissa on 1 - 6 hiiliatomia, esimerkiksi muurahais-, etikka-, propioni- tai butyynihapon erottamiseksi (B) vedestä, jota on vesipitoisessa poistovirrassa. Edullisesti vesipitoinen poistovirta on tuotettu naftan, butaanin tms. hapetusprosessissa; alkanolien, esimerkiksi metanolin tai sen reaktiivisen johdannaisen karbonylointi-prosessissa; tai muissa teollisissa prosesseissa. Tyypillisesti tällainen vesipitoinen poistovirta voi sisältää 100 ppm -20 paino-% karboksyylihappoja vedessä, mutta pienempiä tai suurempia happoväkevyyksiä voidaan käyttää. Sopiva adsorboiva aine tällaiseen systeemiin on fenoliharstista johdettu mikrohuokoinen aktiivihili.

Keksintöä kuvataan nyt viitaten seuraaviin piirroksiin, joissa kuviot 1 - 3 edustavat kaavamaisessa muodossa adsorboivan aineen kolonneja, jotka toimivat tämän keksinnön menetelmän vaiheiden mukaisesti. Kuvio 4 edustaa laitteistoa, jota käytetään esittämään tämän keksinnön vaihteita (a), (b) ja (c) ja kuviot 5 - 8 edustavat graafisessa muodossa niissä saatuja tuloksia.

Kuvio 1 kuvaa tämän keksinnön vaihetta (a). Seos, joka sisältää vettä komponenttina (B) ja karboksyylihappoa, kuten etikkahappoa komponenttina (A), johdetaan ylöspäin syöttöaukon 11 läpi ja adsorptiokolonnin 1 läpi, joka sisältää aktiivihiiiltä adsorboivana aineena. Virta, johon vesi (B) on rikastunut, puretaan adsorptiokolonnista poistoaukon 12 läpi. Riippuen adsorboivan aineen kapasiteetista, kun komponentti (A) on esimerkiksi 5000 - 10 000 ppm painosta etikkahappoa, jopa 10 kerrostilavuutta seosta voidaan johtaa adsorptiokolonnin läpi. Tämän vaiheen (a) päätyttyä hiiliadsorptioaineen voidaan odottaa adsorboineen vähintään 5 - 10 paino-% karboksyylihaposta ja adsorboivassa aineessa olevat ontelot ja huokokset ovat täyttyneet seoksella, jolla on vaihteleva happoväkevyys.

Kuvio 2 kuvaa tämän keksinnön vaihetta (b). Adsorptiokolonni 1 huuhdellaan vaiheen (a) jälkeen alaspäin, vastavirtaan vaiheen (a) syöttöön nähden käyttäen di-isopropyylieetteriä (DIPE) desorboivana nesteenä (D), joka on tiheydeltään pienempi kuin komponentti (B) ja joka syötetään syöttöaukon 21 läpi. Vaiheen (b) alkujaksossa DIPE syrjäyttää nesteen adsorptioaineen onteloista ja huokosista ja ensimmäinen nestefaasivirta, joka sisältää vettä (B) ja karboksyylihappoa (A), poistetaan adsorptiokolonnista 1 poistoaukon 22 läpi. Tämä ensimmäinen nestefaasi yhdistetään (A):n ja (B):n seokseen ja sitä käytetään seuraavassa tämän keksinnön prosessin vaiheessa (a). Huuhtelemalla alaspäin tiheydeltään pienemmällä DIPE:llä välteetään "kanavoituminen". Vaiheen (b) seuraavassa jaksossa (kuvio 2b) DIPE syrjäyttää karboksyylihapon adsorboivasta aineesta ja toinen nestefaasivirta, joka sisältää karboksyylihappoa (A) ja di-isopropyylieetteriä (DIPE) (D), tyypillisesti vähintään 1 - 2 tilavuus-% happoa, poistetaan adsorptiokolonnista. Ensimmäinen ja toinen nestefaasivirta ovat sekoittumattomia toisiinsa. Karboksyylihapon ja di-isopropyylieetterin (DIPE) muodostama toinen nestefaasi-

virta, jossa on hivenmääriä vettä, syötetään tislausvyöhykkeeseen 2, jossa karboksyylihapo poistetaan tislausvyöhykkeen 2 pohjalta. Di-isopropyylieetteriä (DIPE) oleva kierrätysvirta, jonka kiehumispiste on alhaisempi kuin karboksyylihapon, poistetaan tislausvyöhykkeen 2 huipulta ja voidaan valinnaisesti kierrättää prosessin vaiheeseen (a). Vaiheen (b) päätyttyä adsorboivan aineen ontelot ja huokoset ovat täyttyneet nimellisesti puhtaalla DIPE:llä.

Kuvio 3 kuvaa edullista menetelmää tämän keksinnön vaiheen (c) ja valinnaisen vaiheen (d) suorittamiseksi. Adsorptiokolonnista 1 lasketaan vaiheen (b) jälkeen valinnaisesti ulos DIPE ja saatetaan sitten kosketukseen komponenttina (B) olevan vesihöyryn kanssa syöttöaukon 31 läpi ja höyryvirta, joka koostuu di-isopropyylieetterin (DIPE) ja vesihöyryn aseotrooppista, poistetaan adsorptiokolonnista 1 poistoaukon 32 läpi. Höyryvirta tiivistetään johtamalla se jäädyttäjän 3 läpi ja erotetaan sitten dekanttoimisastiassa 4 kevyemmäksi di-isopropyylieetteririkasteiseksi faasiksi ja raskaammaksi vesirikasteiseksi faasiksi. Nämä kaksi faasia poistetaan erikseen dekanttoimisastiasta vesirikasteisen poistovirran muodostamiseksi, joka sisältää tyypillisesti noin 0,3 paino-% DIPE:ä ja di-isopropyylieetteri (DIPE)-rikasteisen kierrätysvirran muodostamiseksi, joka sisältää pienen määrän vettä. Valinnaisesti vesirikasteinen poistovirta voidaan stripata di-isopropyylieetterin talteenottamiseksi, joka voidaan kierrättää takaisin tämän keksinnön prosessiin ja vesi voidaan toimittaa esimerkiksi poistovirtaan ja/tai se voidaan kierrättää käytettäväksi tämän keksinnön prosessin vaiheessa (c). Di-isopropyylieetteririkasteinen virta voidaan kierrättää takaisin tämän keksinnön prosessiin.

Keksintöä kuvataan tarkemmin viitaten seuraaviin esimerkkeihin ja kuvioihin 4 - 8.

Esimerkit 1 ja 2**Yleinen koemenettely**

Seuraavassa kuvatuissa esimerkeissä käytetty laitteisto esitetään kuviossa 4. Tämä rakennettiin käyttäen lasisia nestekromatografikolonneja, joissa oli PTFE-päätytulpat ja -sintterit ja kokonaan PTFE:ä olevat yhdysputket adsorptioon liittyvien ongelmien ja happohävikin minimoimiseksi systeemissä. Adsorptiokolonnin pituus oli 46 cm ja sisähalkaisija 10 mm, mikä antoi tilavuudeksi 35,13 cm³. Syöttö tapahtui korkeapaineisen nestekromatografiapumpun kautta. Tämä teki mahdolliseksi virtauksen tarkan säädön ja kaksitieventtiili 41 teki mahdolliseksi nopean kytkennän vaiheen (a) syöttöseoksen (3000 ppm painosta etikkahappoa/3000 ppm muurahaihappoa vedessä) ja vaiheen (b) di-isopropyylieetteriä (DIPE) olevan desorboivan nesteen välillä. Kokeet suoritettiin huoneenlämpötilassa (n. 25 °C). Laitteiston toimintaa voidaan seurata kuviossa 4. Nestevirtaus noudattaa paksuja mustia viivoja. Venttiileitä 42 ja 43 ja kahta poistoventtiiliä käytettiin, ennenkuin syöttöseos/liuotin johdettiin adsorptiokolonnin läpi, jotta varmistettiin, että linjat ovat vapaat toiminnan edellisestä vaiheesta jääneestä nesteestä. Yleinen toimintajärjestys oli seuraava:

Vaihe (a)**25 Adsorptio (kuvio 4)**

Lähtien tuoreesta hiiliadsorptioaineen kerroksesta 40, joka oli täynnä vettä, venttiili 41 asetettiin esitetyllä tavalla ja laimeaa hapon vesiliuosta pumpattiin pumpun 44 kautta ensin ulos kolonnin pohjalla olevasta poistoventtiilistä 43. Tämä varmisti, että kaikki linjat kolonnin pohjalle olivat täynnä happo/vesiseosta ennen adsorptiojakson aloittamista. Happo/vesiseosta pumpattiin sitten kolonnin ylöspäin ja venttiilin 42 läpi venttiilin 41 b ja ulos tuotesäiliöön 45. Kun läpipääsy havaittiin

orgaanisen kokonaishiilen TOC analyysillä, pumppu kytkettiin pois.

Vaihe (b)

Huuhtelu desorboivalla aineella (kuvio 4b)

5 Sen jälkeen, kun läpipääsy oli tapahtunut, venttiili 41 kytkettiin kuviossa 4b esitettyyn asentoon, joka salli syöttövirtauksen kulkea kolonnin huipulle. Venttiilien 42 ja 43 ollessa jälleen suljettu kolonnin eristämiseksi DIPE:ä pumpattiin venttiilin 42 kautta poistovirtaan
10 jäännöshappo/veden syrjäyttämiseksi linjoista. Venttiilit 42 ja 43 avattiin sitten adsorptiokolonniin ja DIPE virtasi alas kolonnin läpi syrjäyttäen veden/laimean hapon, takaisin venttiiliin 41 b ja sitten tuoteastiaan 45. Ensimmäinen nestefaasivirta, joka sisälsi happoa ja vettä,
15 poistettiin ensiksi adsorptiokolonnista, mitä seurasi toinen nestefaasivirta, joka sisälsi DIPE:ä ja happoa.

Vaihe (c)

Desorboivan aineen terminen syrjäytys (kuvio 4c)

20 Sen jälkeen, kun happo oli syrjäytetty vaiheessa (b) venttiili 41 ohitettiin ja venttiilit 42 ja 43 kytkettiin kuviossa 4c esitettyihin asentoihin. Adsorptiokolonnissa 40 oleva hiiliadsorptioaine, joka oli DIPE:n kyllästämä vaiheen b) jälkeen, kuumennettiin 150 °C:seen öljynkierrätyskylvyn ja öljyvaipan (ei esitetty) avulla, joka
25 oli asennettu kolonnin 40 ympärille. Stabiili lämpötila saavutettiin noin 15 minuutin jakson kuluttua, jona aikana jonkin verran DIPE:ä syrjäytettiin termisesti adsorboivasta aineesta ja tiivistettiin kolonnin poistoaukon 46 kohdalla. Tämän jakson aikana uunin esikuumennin 47, joka
30 sisälsi lasipallosilla täytetyn höyrystimen, kuumennettiin 490 °C:n lämpötilaan. Kun uunin esikuumennin ja kolonni olivat tässä lämpötilassa, vettä pumpattiin höyrystimeen vesihöyryn kehittämiseksi, joka poistui höyrystimestä
35 140 °C:n lämpötilassa ja johdettiin kolonnin 40 läpi venttiilin 43 kautta.

Kolonnista tuleva poistovirta tiivistettiin jäädyttäjässä 48 kaksifaasisen koostumuksen, ensimmäisen vesirikasteisen nestefaasin ja toisen DIPE-rikasteisen nestefaasin muodostamiseksi aluksi. Sen jälkeen, kun suunnit-

5 leen yksi kerrostilavuus nestettä oli syrjäytetty kolonnista, tiivisteeseen havaittiin sisältävän vettä ja liukoista DIPE:ä. Vesihöyryyn annettiin jatkaa virtaamistaan kolonnin läpi, kunnes DIPE:n väkevyys tiivisteessä laski noin 100 ppm:iin. Vesihöyryyn virtaus pysäytettiin tällöin ja

10 kolonnin annettiin jäähtyä vaihetta (a) varten.

Hiiliadsorptioaineen valmistus

Esimerkeissä käytettiin kahta tyyppiä hiiliadsorptioainetta; kaupallista kookospähkinän kuorihiiiltä, jota toimittaa Sutcliffe Speakman (207C) ja synteettistä fenoli-

15 lihartsista johdettua hiiltä (PRC). US-patentin 4 917 835 mukaisesti valmistettu PRC-pursote, joka oli hiilretty tyypen alaisena, aktivoitiin 800 °C:ssa hiilidioksidissa 30 %:n painohäviöön (PRC - 30).

Näiden kahden hiilen koemenettely oli hieman erilainen heijastellen epäorgaanisten epäpuhtauksien läsnä-

20 oloa Sutchliffe-hiilessä. Kaikki hiilet seulottiin ennen käyttöä ja vain 500 - 1000 mikronin jaetta käytettiin kokeissa. Oli välttämätöntä jauhaa PRC-hiili, joka valmistettiin 1,5 mm:n pursotteena, vaaditun hiukkaskoon saamiseksi. 207C-hiili toimitettiin seulasarjana, joka sisälsi

25 vaaditun jakeen ja se vaati vain seulontaa.

PRC-hiiltä keitettiin tislatussa vedessä 3 tuntia ja sen annettiin sitten jäähtyä. Tämä varmisti, että huokosrakenne oli täysin veden täyttämä. Perusteellisen pesun

30 jälkeen tislatussa vedellä käyttäen Buchner-suppiloa, yhä märkä hiili panostettiin kolonniin. Koko menettely suoritettiin varmistaen, että hiili säilyi märkänä joka hetki huokosrakenteen kuivumisen estämiseksi. Kolonniin panostetun hiilen määrä määritettiin kolonnin tilavuudesta ja

35 hiilen kuivasta irtopainotiheydestä (PRC 30: 0,52 g/cm³,

SS207C: 0,52 g/cm³). Kolonni suljettiin sitten käyttäen PTFE-venttiilejä hiilen kuivumisen estämiseksi, kunnes sitä tarvittiin.

Oli välttämätöntä happopestä SS207C-hiili ennen
 5 käyttöä epäorgaanisten epäpuhtauksien poistamiseksi, jotka häiritsivät kokeen adsorptiovaihetta. 50 g SS207C-hiiltä refluksoitiin 500 ml:ssa 10 %:sta HCl:a 2 tunnin ajan. Hiili pestiin sitten perusteellisesti useilla jakeilla tislattua vettä kolvissa ennen Burchner-suodatusta ja pe-
 10 sua edelleen useilla jakeilla tislattua vettä. Hiili p-
 nostettiin sitten kolonniin samalla tavoin kuin PRC-hiili.

Koemenettely

Systemin venttiilit (kuvio 4) asetettiin niin, että laimea happo virtasi vain ylöspäin kerroksen läpi ko-
 15 keen adsorptiovaiheen (vaihe (a)) aikana ja DIPE virtasi vastavirtaan (alaspäin) kerroksen läpi huuhteluvaiheen (vaihe (b)) aikana. Venttiilit olivat kaksitiekkoonpanoja niin, että virtaa voitiin kääntää vastakkaiseksi yhdellä toiminnolla.

20 **Vaihe (a)**

Hapon adsorptio

Koe koostui laimean happovirran johtamisesta ylös-
 päin hiilikerroksen läpi noin 3 LHSV:n virtausnopeudella. Koko poistovirta kerättiin talteen noin 25 g:n jakeina ja
 25 jokaisen annoksen paino merkittiin muistiin nesteen nopeu-
 den ja läpikulkeneiden kerrostilavuuksien kumulatiivisen lukumäärän määrittämiseksi. Hapon väkevyys jokaisessa ja-
 keessa määritettiin "orgaanisena kokonaishiilenä" (TOC) käyttäen Dohrmann-hiilianalysointia. Tämä ei kykene te-
 30 kemään eroa etikka- ja muurahaishappojen välillä, mutta teki mahdolliseksi määrittää läpipääsypisteen tarkasti. Kokeen adsorptiovaihe, vaihe (a) lopetettiin, kun TOC nou-
 si nopeasti. Läpipääsykäyrän ekstrapolointi taaksepäin teki mahdolliseksi määrittää täsmällisen läpipääsytilavuuden.
 35 Poistovirran happosisältö määritettiin sitten käyt-

täen ionipoissulkukromatografiaa näytteille välittömästi ennen läpipääsypistettä ja sen jälkeen. Adsorboituneen hapon kokonaismäärä läpipääsyhetkellä määritettiin talteen kerätyn poistovirran painosta läpipääsyhetkellä kerrottuna hapon väkevyydellä.

Vaihe (b)

Huuhtelu (desorptio)

Desorptiossa DIPE:ä johdettiin alaspäin kerroksen läpi, vastavirtaan adsorptiokiertojaksoa vastaan, kuten kaupallisessa laitoksessa tehtäisiin. DIPE:n virtausnopeus oli tyypillisesti noin 2,7 LHSV.

Desorption ensimmäisen jakson aikana DIPE syrjäytti vapaan laimean hapon hiilihiukkasten välisistä onte-loista ja hiilen huokosista. Prosessille on olennaista, ettei "kanavoitumista" tapahdu tämän vaiheen aikana ja että löytyy "puhdas" rajapinta syrjäytetyn hapon ja DIPE:n välillä. Tämä voitiin todeta kolonnista lähtevässä PTFE-poistoputkessa. Heti kun DIPE:ä havaittiin poistoputkessa, tuote-astia vaihdettiin. Syrjäytetyn laimean hapon paino merkittiin muistiin.

Syrjäytettyä happoa

PRC-30	22,67 g
SS207C	19,55 g

25

Koko DIPE-poistovirta kerättiin talteen kuten edellä ja jokaisen näytteen paino merkittiin muistiin. Tämä muunnettiin tilavuudeksi käyttäen DIPE:n tiheyttä. Tämä johti pieneen virheeseen, kun happosisältö oli merkittävä, PRC-30:n kyseessä ollen LHSV putosi alkuarvosta 3,14 arvoon 2,64 vaiheen (b) kuluessa. Vaiheen (b) prosessin hyötysuhteen ensimmäinen osoitus saatiin poistovirran taiteker-toimesta (RI). RI-arvon ja ioninpoissulkukromatografi-alla (IEC) mitattujen todellisten happoväkevyyksien ver-tailu esitetään kuviossa 5 PRC-30-hiilelle. Voidaan havai-

35

ta, että RI:n suuntaus noudatti hapon kokonaisväkevyyden suuntausta kohtuullisen tarkasti.

Vaihe (c)

5 DIPE:n termistä syrjäyttämistä adsorptiokolonnista ei simuloitu esimerkeissä 1 ja 2.

Tulokset

10 Kahden yksityiskohtaisesti tutkitun hiilen (PRC-30 ja SS207C) adsorptiotulokset vaiheesta (a) esitetään kuviossa 6. Voidaan nähdä, että läpipääsy PRC-hiilellä, esimerkki 1 tapahtui suunnilleen 5,5 kerrostilavuuden jälkeen, kun taas SS207c-hiilellä, esimerkki 2, tämä tapahtui suunnilleen 4,5 kerrostilavuuden jälkeen. Tämä osoittaa, että PRC-hiilellä oli suunnilleen 25 % suurempi kapasiteetti näissä olosuhteissa.

15 Lisäero adsorboivien aineiden välillä havaittiin niiden regeneroituvuudessa. Kuvio 7 esittää DIPE:n taiteker-toimen suuntauksia näillä kahdella materiaalilla. Voidaan nähdä, että PRC-hiilellä, esimerkki 1 oli aluksi hyvin korkea RI-arvo, joka laski nopeasti, kun taas SS207C-
20 hiili, esimerkki 2 lähti keskitasolta ja pysyi korkeana vielä 6 kerrostilavuuden jälkeen. Tämä esitetään yksityiskohtaisemmin kuviossa 8, jossa etikka- ja muurahaishap-pojen ppm - tasot DIPE-poistovirrassa on esitetty graafisesti kerrostilavuuksien funktiona. Suunnilleen kolmen
25 kerrostilavuuden jälkeen pääosa etikkahaposta oli poistettu PRC-30-kerroksesta, kun taas SS207C-hiilellä etikkahappoväkevyy-
30 poväkevyyys oli yhä noin 5000 ppm viiden kerrostilavuuden jälkeen. Tämä heijastuu myös etikkahappoväkevyydessä vaiheen (b) alussa, joka saavutti noin 3 paino-% PRC-30-hiilellä, mutta vain 0,8 % SS207C-hiilellä.

35 Prosessin kokonaistehokkuus voidaan määrittää vaiheen (b) aikana talteen saadun hapon painosta verrattuna adsorboituneen hapon painoon. PRC-30-hiilellä etikkahapon talteenotto oli 97,3 % ja muurahaishapon talteenotto oli 83,4 %, kun taas SS207C-hiilen tapauksessa etikkahapon

talteenotto oli alle 50 % DIPE:n viiden kerrostilavuuden jälkeen. Tämä tekisi kiertoprosessin toiminnan SS207C-hiilellä vähemmän houkuttelevaksi teollisesti näiden happojen vesiliuoksilla ja toiminta käyttäen adsorboivana aineena fenolihartsista johdettua aktiivihiiiltä on edullinen.

Esimerkit 3 ja 4

Näissä esimerkeissä käytettiin samaa laitteistoa ja yleistä menettelyä kuin edellä kuvattiin.

10 Näissä esimerkeissä toistettiin esimerkkien 1 ja 2 prosessi lisättynä termisellä syrjäytyksellä, vaihe (c) käyttäen vesihöyryä. Adsorboiva aine saatettiin lukuisiin vaiheiden (a) - (c) kiertojaksoihin. Koska adsorboivan aineen kapasiteetti yhdestä kiertojaksosta toiseen pysyy 15 kohtuullisen vakiona vain, jos kaikki happo syrjäytetään DIPE:llä ja kaikki DIPE syrjäytetään vesihöyryllä, vaiheiden (b) ja (c) vaikutusta voidaan seurata peräkkäisissä kiertojaksoissa hapon läpipääsyajasta vaiheen (a) aikana. Näissä esimerkeissä ilmeni joitakin merkkejä kapasiteetin 20 pienestä menetyksestä ensimmäisen 10 kiertojakson aikana.

Esimerkki 3

Hiiliadsorptioaine oli PRC, joka oli valmistettu US-patentin 4 917 835 mukaisesti typpihiililetyksellä ja aktivoitu 35 %:n painohäviöön hiilidioksidilla 800 °C:ssa 25 (vrt 30 %:sesti aktivoitu hiili esimerkissä 1). Adsorboivan aineen kerros saatettiin kuuteen adsorptiokiertojaksoon vaiheessa (a) huoneenlämpötilassa, mitä seurasi vaihe (b) DIPE:ä käyttäen huoneenlämpötilassa ja vesihöyrysyryjäytys vaiheessa (c). Sen jälkeen vaiheiden (a) ja 30 (b) lämpötiloja nostettiin. Tulokset esitetään seuraavassa taulukossa 1.

Taulukko 1

Kiertojakson Vaiheiden a) ja b) Hapon läpipääsy vai-
numero lämpötila heessa (a) (kerros-
tilavuutta

5			
	1	huoneen lämpötila	5,2
	2	huoneen lämpötila	5,0
10	6	huoneen lämpötila	4,7
	10	huoneen lämpötila	4,5
	11	30 °C	4,0
15	12	40 °C	3,6 (a)
	13	50 °C	3,1 (a)

(a) värjäytymistä vaiheen (b) aikana ja ongelmia ensimmäi-
sen ja toisen nestefaasivirran faasierotuksessa vaihees-
sa (b).

Esimerkki 4

Esimerkin 3 kolme ensimmäistä kiertojaksoa tois-
tettiin käyttäen Speakman 207C (kookospähkinän kuori)-
hiiltä. Tulokset esitetään seuraavassa taulukossa 2.

25

Taulukko 2

Kiertojakson Vaiheiden (a) ja Hapon läpipääsy vaiheessa
numero (b) lämpötila (a) (kerrostilavuutta)

30	1	Huoneen lämpötila	4,8
	2	Huoneen lämpötila	4,1
	3	Huoneen lämpötila	4,0

Patenttivaatimukset:

5 1. Menetelmä komponenttien erottamiseksi nesteseok-
sesta, joka sisältää adsorboituvampaa komponenttia (A) ja
vähemmän adsorboituvaa komponenttia (B), jossa komponentin
(A), komponentin (B) ja desorboivan nesteen (D) suhteel-
linen adsorboituvuus adsorptiokolonnissa olevan adsorboi-
van aineen suhteen on järjestyksessä $D > A > B$, t u n n e t -
10 t u siitä, että menetelmä käsittää peräkkäin vaiheet,
joissa:

(a) johdetaan nesteseos adsorptiokolonnin läpi,
joka sisältää adsorboivaa ainetta ja adsorboidaan selek-
tiivisesti adsorboituvampi komponentti (A) samalla, kun
15 puretaan kolonnista virta, johon komponentti (B) on rikas-
tunut;

(b) huuhdellaan adsorptiokolonnissa oleva adsor-
boiva aine vaiheen (a) jälkeen desorboivalla nesteellä
(D), joka on sekoittumaton vähemmän adsorboituvan kompo-
20 nentin (B) kanssa, jolloin desorboiva aine (D) syrjäyttää
adsorboituvamman komponentin (A) adsorboivasta aineesta,
ja poistetaan adsorptiokolonnista ensimmäinen nestefaasi-
virta, joka koostuu adsorboituvamman komponentin (A) ja
vähemmän adsorboituvan komponentin (B) seoksesta, ja pois-
25 tetaan adsorptiokolonnista toinen nestefaasivirta, joka
koostuu desorboivan aineen (D) ja adsorboituvamman kompo-
nentin (A) seoksesta; ja

(c) syrjäytetään termisesti desorboiva aine (D)
adsorptiokolonnista olevasta adsorboivasta aineesta vai-
30 heen (b) jälkeen.

2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä,
t u n n e t t u siitä, että vaiheessa (c) desorboiva aine
(D) syrjäytetään adsorboivasta aineesta saattamalla adsor-
boiva aine korotetussa lämpötilassa kosketukseen höyryn
35 kanssa, joka sisältää vähemmän adsorboituvaa komponenttia

(B) ja poistetaan adsorptiokolonnista höyry- ja/tai nestevirta, joka koostuu desorboivasta aineesta (D) ja vähemmän adsorboituvasta komponentista (B).

5 3. Patenttivaatimuksen 2 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että desorboiva aine (D) muodostaa aseotroopin vähemmän adsorboituvan komponentin kanssa ja vaiheessa (c) adsorptiokolonnista poistettu höyryvirta koostuu desorboivan aineen (D) ja vähemmän adsorboituvan komponentin (B) aseotroopista.

10 4. Patenttivaatimuksen 2 tai 3 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vaiheessa (c) adsorptiokolonnista poistettu höyryvirta tiivistetään ensimmäisen nestefaasin muodostamiseksi, johon vähemmän adsorboituva komponentti (B) on rikastunut, ja toisen nestefaasin muodostamiseksi, johon desorboiva aine (D) on rikastunut, ja
15 faasit erotetaan.

 5. Patenttivaatimuksen 4 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että ensimmäinen nestefaasi, johon vähemmän adsorboituva komponentti (B) on rikastunut, stri-
20 pataan desorboivan aineen (D) ja vähemmän adsorboituvan komponentin (B) talteenottamiseksi.

 6. Patenttivaatimuksen 4 tai 5 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että toinen nestefaasi, johon desorboiva aine (D) on rikastunut, stripataan vähemmän ad-
25 sorboituvan komponentin (B) ja desorboivan aineen (D) talteenottamiseksi.

 7. Minkä tahansa edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että desorboiva neste (D) on tiheydeltään pienempi kuin adsorboituvampi komponentti (A) ja vähemmän adsorboituva komponentti (B) ja adsorptiokolonni huuhdellaan desorboivalla nesteellä (D) alaspäin vaiheessa (b).
30

 8. Minkä tahansa edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vaiheessa (b) adsorptiokolonnista poistettu toinen virta, joka
35

koostuu desorboivan aineen (D) ja adsorboituvamman komponentin (A) seoksesta, syötetään tislaukseyhykkeeseen, jossa desorboivan aineen (D) ja adsorboituvamman komponentin (A) seos erotetaan komponentiksi (A) ja desorboivaksi aineeksi (D).

9. Patenttivaatimuksen 8 mukainen menetelmä, tunnetaan siitä, että desorboivan aineen (D) kiehumispiste on alhaisempi kuin adsorboituvammalla komponentilla (A).

10. Minkä tahansa edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnetaan siitä, että desorboiva aine (D) on valittu ryhmästä, johon kuuluvat diisopropyylieetteri, metyyli-t-butyylieetteri ja metyyliisobutyylimketoni, metyyliasetaatti, n-pentaani ja tolueeni.

11. Minkä tahansa edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnetaan siitä, että adsorptiokolonissa käytetty adsorboiva aine on mikrohuokoinen aktiivihili.

12. Patenttivaatimuksen 11 mukainen menetelmä, tunnetaan siitä, että aktiivihili on johdettu fenolihartsista.

13. Patenttivaatimuksen 12 mukainen menetelmä, tunnetaan siitä, että hiili on aktivoitu 10 - 50 prosentin painohäviöllä.

14. Minkä tahansa edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, tunnetaan siitä, että adsorboituvampi komponentti (A) on yksi tai useampi karboksyylihappo, jossa on n hiiliatomia, jossa $n = 1 - 6$ ja vähemmän adsorboituva komponentti (B) on vesi.

15. Patenttivaatimuksen 14 mukainen menetelmä, tunnetaan siitä, että karboksyylihapot on valittu ryhmästä, johon kuuluvat muurahais-, etikka-, propioni- ja voihapot.

16. Patenttivaatimuksen 14 tai 15 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että nesteseos sisältää 100 ppm - 20 paino-% karboksyylihappoja vedessä.

5 17. Minkä tahansa edellä olevan patenttivaatimuksen mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että prosessi suoritetaan käyttäen useita adsorptiokolonnejä, jotka toimivat kiertojaksoissa vaihesiirrossa toistensa suhteen.

Vesi

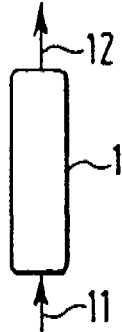


FIG. 1

Vesi
+
Happo

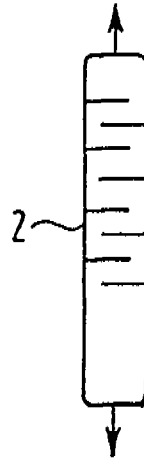
DIPE



Vesi
+
Happo

FIG. 2a

DIPE



Happo

DIPE
+
Happo

DIPE

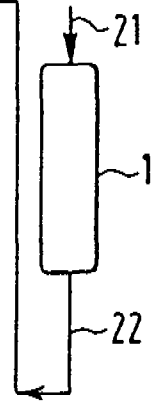


FIG. 2b

DIPE/Vesiaseotrooppi

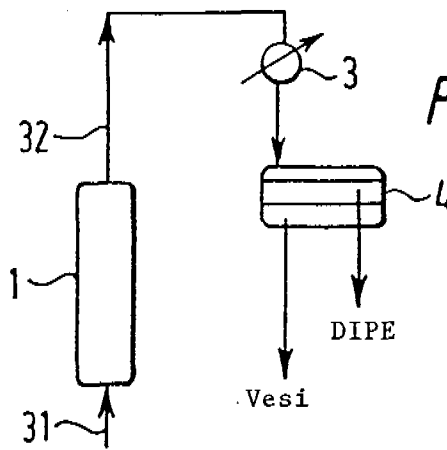


FIG. 3

Vesihöyry

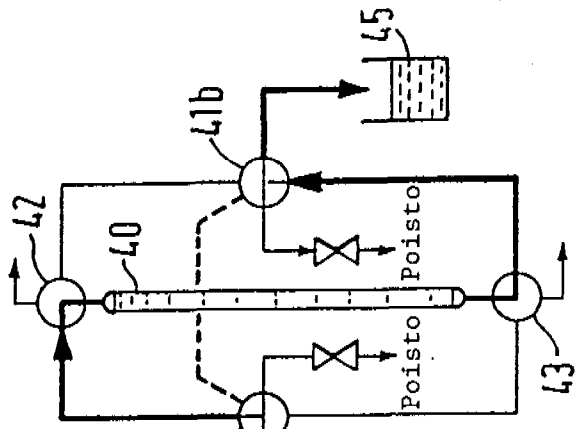


FIG. 4a

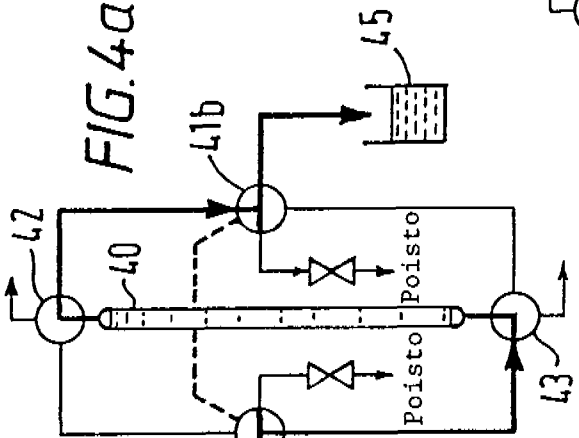


FIG. 4b

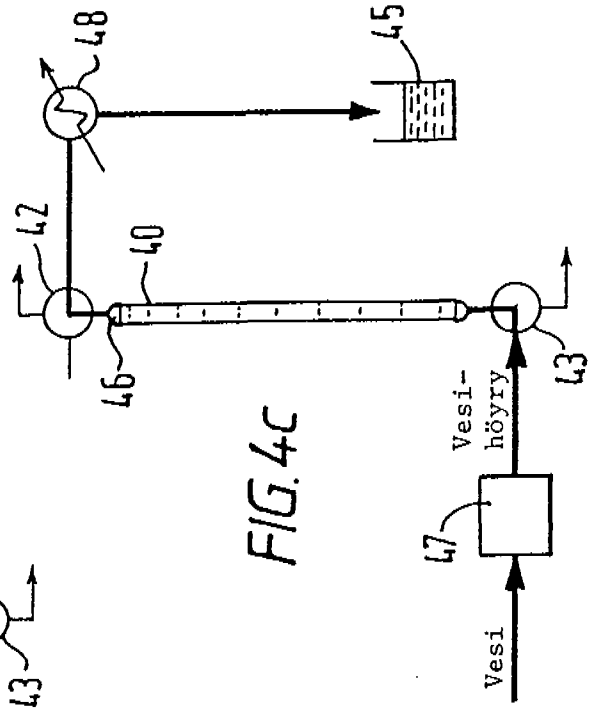


FIG. 4c

Vesi
+
Happo

Vesi-
höyry

FIG.5 Hapon syrjäytyys PRC-hiilestä (-30 %) DIPE:n avulla (vaihe (b))

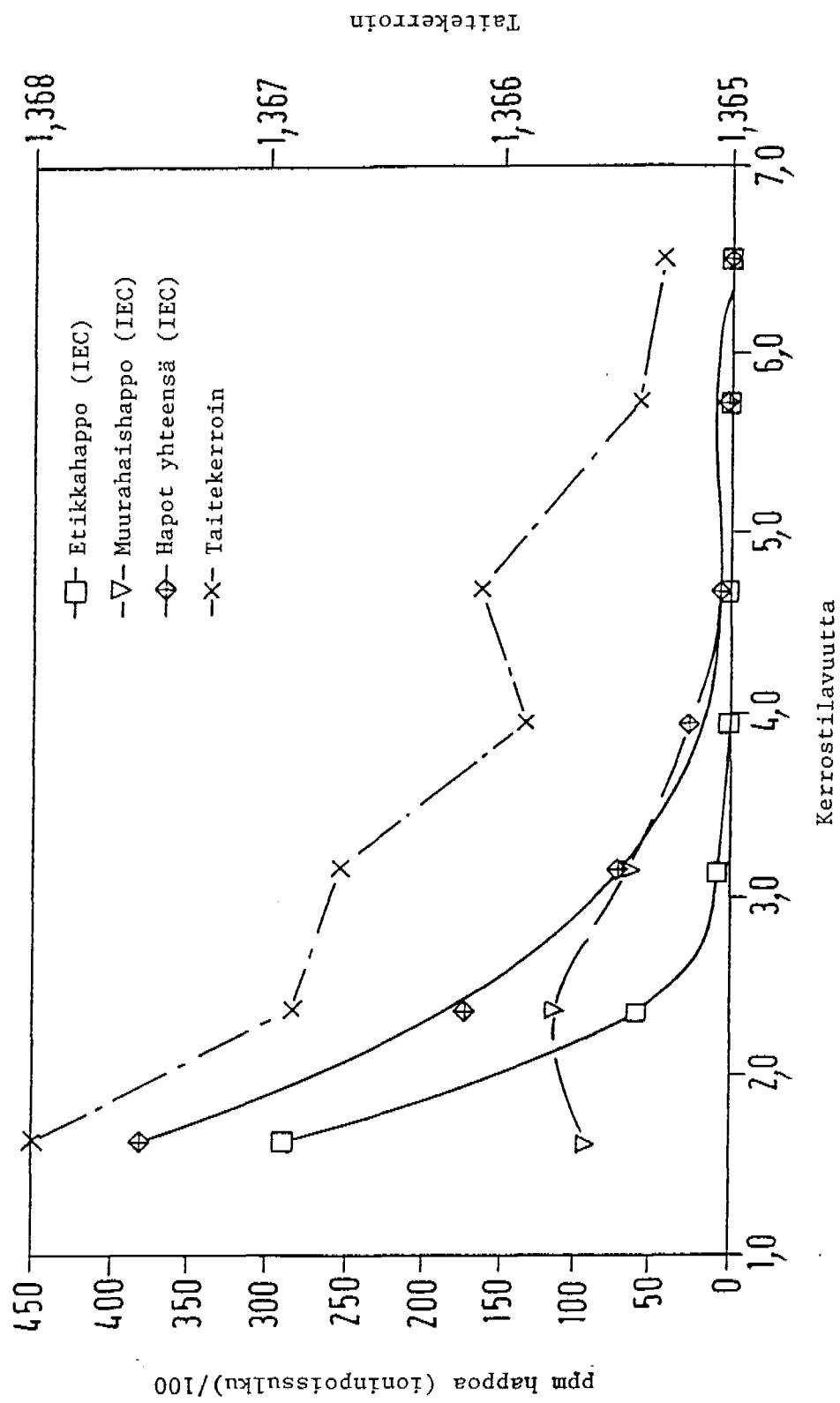
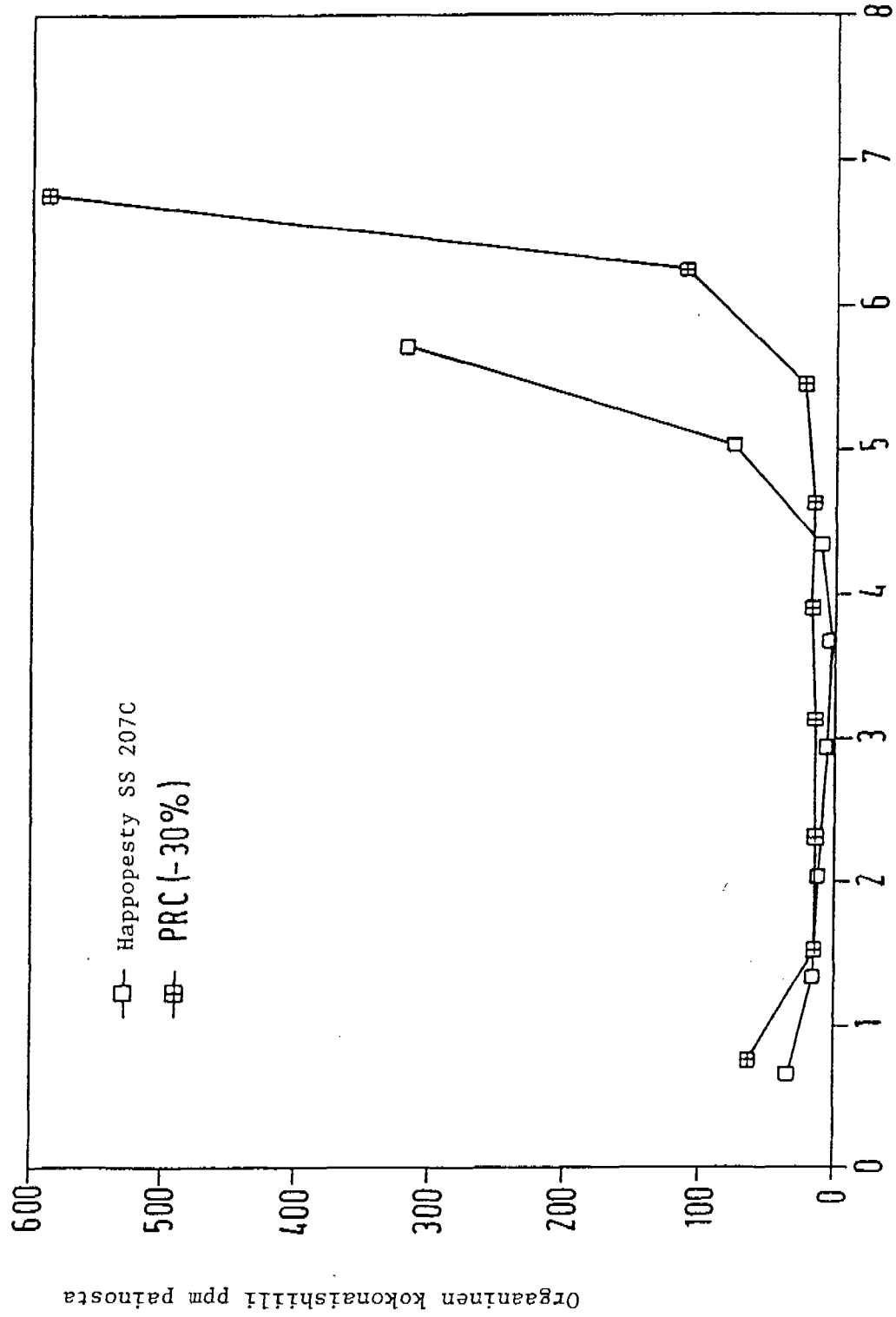


FIG.6

Seoshapon adsorptio

SS 207C(AW)-hiilen ja PRC-hiilen (-30 %) vertailu (vaihe (a))



Kerrostilavuutta

Syöttö = 3 000 ppm etikkahappoa/3 000 ppm muurahaishappoa

FIG. 7

Adsorboituneen hapon syrjäytyys DIPE:n avulla (vaihe (b))
SS 207C(AW)-hiilen ja PRC-hiilen (30 %) vertailu

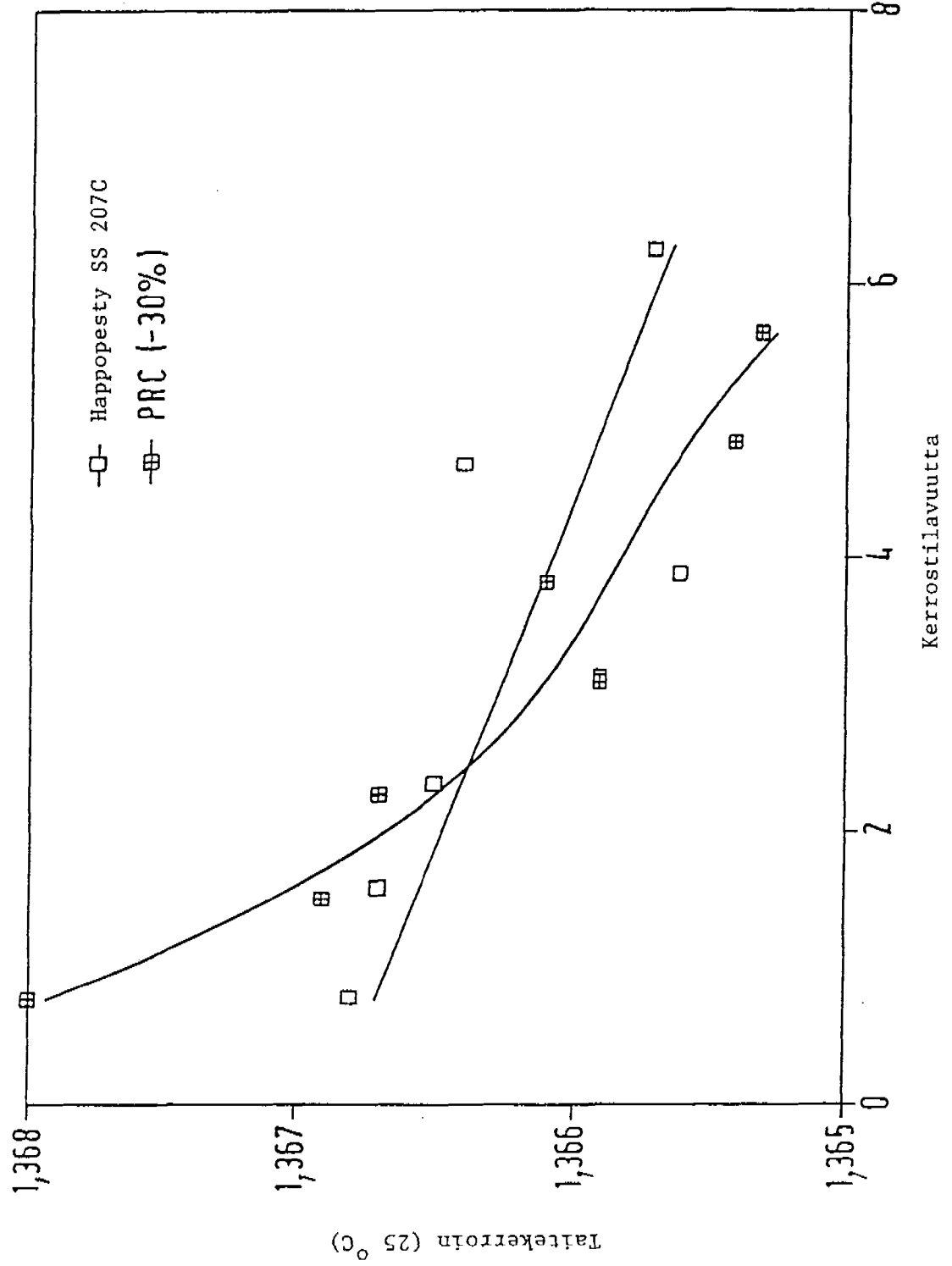


FIG.8

Absorboituneiden happojen syrjäytys DIPE:n avulla (vaihe (b))
SS 207C(AW)-hiilen ja PRC-hiilen (-30 %) vertailu

