



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

223305
(11) (B1)

(51) Int. Cl.³
B 01 D 11/04

(22) Přihlášeno 07 03 77
(21) (PV 2615-77)

(40) Zveřejněno

(45) Vydáno 15 03 86

(75)
Autor vynálezu

HEYBERGER ALEŠ ing., PRAHA, VYORAL LEOPOLD ing., KRALUPY nad Vltavou, HORÁČEK JAN RNDr., PROCHÁZKA JAROSLAV doc. ing., PRAHA, NOVOTNÝ MILOSLAV ing., KRALUPY nad Vltavou, ANTON ELISABETH ing., SCHKOPAU, SCHULZ HANS-PETER, HALLE-NEUSTADT, COMEL MATTHIUS dr., GÖTZ REINER dr., HALLE (NDR)

(54) Způsob kontinuální extrakce etylénoxidu a tetrahydrofuranu

1

2

Vynález se týká kontinuální extrakce etylénoxidu nebo tetrahydrofuranu ze směsi kapalných uhlovodíků, odpadajících ve výrobě syntetických kaučuků. Extrakce se provádí vodou nebo vodným roztokem hydroxidu alkalického kovu, přičemž se směs uhlovodíků a vodný roztok uvádějí do intenzivního styku působením vibrace. Koncentrace hydroxidu ve vodním roztoku je max. 0,2 mol. a teplota extrakce je min. o 20 °C nižší, než je teplota varu původní směsi uhlovodíků.

Vynález se týká způsobu kontinuální extrakce etylénoxidu a tetrahydrofuranu ze směsi C₅-C₈ alifatických uhlovodíků a C₆-C₉ aromatických uhlovodíků protiproudou extrakcí.

Při některých způsobech výroby syntetických kaučuků roztokovou polymerací odpadají rozpouštědla znečištěná etylénoxidem a obsahující určité množství tetrahydrofuranu. Rozpouštědla sama jsou obvykle směsí kapalných alifatických uhlovodíků, jako hexanu, heptanu, oktanu a aromatických uhlovodíků, jako benzenu, toluenu, xyleny a před jejich opětovným použitím při polymeraci je třeba je zbavit uvedených příměsí. U etylénoxidu se požaduje, aby byl odstraněn prakticky úplně, u tetrahydrofuranu obvykle postačuje snížení jeho obsahu pod 1 % hmot.

Oddělení uvedených nečistot destilací je obvykle nemožné, protože jak etylénoxid, tak tetrahydrofuran tvoří s řadou uhlovodíků azeotropické směsi. Odstranění samotného etylénoxidu ze směsi je možno provést hydrolýzou vodním roztokem alkálií. Nevýhodou tohoto postupu je, že hydrolýza probíhá za normálních teplot velmi pomalu a že vzniklý alkalický roztok etylenglykolu se dá jen obtížně dělit vakuovou rektifikací.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob kontinuální extrakce etylénoxidu a tetrahydrofuranu ze směsi C₆-C₈ alifatických uhlovodíků a C₆-C₈ aromatických uhlovodíků protiproudou extrakcí, spočívající v tom, že se extrakce provádí vodou, s případným obsahem hydroxidu alkalického kovu, o koncentraci méně než 0,2 molu, při teplotě alespoň o 20 stupňů Celsia nižší, než je teplota varu v původní směsi uhlovodíků, při průtokovém poměru směsi uhlovodíků a vody 1 : 1,5 až 1 : 3, přičemž se směs uhlovodíků a vodný roztok uvádějí do intenzivního styku působením vibrací.

Hlavní výhodou tohoto způsobu je, že se dosahuje vysoké rychlosti extrakčního pochodu. Při použití vody jako extrakčního činidla se získá roztok etylénoxidu anebo tetrahydrofuranu, který obsahuje jen stopy rozpouštědel a z něho lze snadno odstranit etylénoxid i tetrahydrofuran destilací za normálního tlaku. Použití louhu zlepšuje účinnost extrakce. Vysoké rychlosti extrakce se dosahuje uplatněním vibračního pohybu při protiproudém uspořádání toku obou kapalin. Vhodný vibrační pohyb i vhodné uspořádání toku obou kapalin lze dosáhnout například ve známém kontaktoru pro dvě tekuté fáze podle čs. patentu č. 106 316, 132 022, 139 895 a čs. autorského osvědčení č. 156 164.

Ve zvláštní případě se vzájemný protiproudý tok kapalin dá uskutečnit působením tíže tak, že voda nebo vodný roztok hydroxidu sodného nebo draselného klesá, zatímco směs uhlovodíků stoupá, přičemž se s výhodou směs uhlovodíků současně rozptyluje do kapek. Vibrací obou kapalin lze uskutečnit i periodickým pohybem kapalin vůči tu-

hým stěnám, přičemž se tím rozumí, že se mohou periodicky pohybovat buď kapaliny, zatímco tuhé stěny jsou nehybné nebo mohou jak kapaliny, tak stěny konat současně periodický pohyb.

Obě kapaliny jsou vedeny vzájemně protiproudě a uváděny pomocí vibrací do těsného styku a intenzivní turbulence. Tyto podmínky zajišťují vysokou rychlost difúze etylénoxidu a tetrahydrofuranu ze směsi uhlovodíků do vody nebo vodného roztoku hydroxidu. Za těchto podmínek se neuplatní chemická reakce hydrolýza etylénoxidu na etylenglykol, která je potom ve srovnání s rychlostí difúze pomalá, a to i v případě, že se použije roztok hydroxidu.

Při poměru hmotnostních průtoků obou kapalin v mezích podle vynálezu je množství vody nebo vodného roztoku hydroxidu dostatečné, aby došlo ke snížení obsahu etylénoxidu ve směsi na méně než 1 ppm a k snížení koncentrace tetrahydrofuranu na méně než 1 % hmot. Účinnost extrakce vzhledem ke každé z obou extrahovaných složek zvláště není ovlivněna přítomností druhé složky. Teplota extrakce musí být dostatečně nízká, aby při vibracích nedocházelo ke kavitaci. Zvláště vysoké rychlosti extrakce je možno dosáhnout, postupují-li obě kapaliny proti sobě ve vstřícném směru působení tíže, přičemž je směs uhlovodíků rozptýlena ve formě kapek za pomoci vibrací. Vibračním pohybem lze dosáhnout vytvoření velké plochy styku obou kapalin a současně vysoké turbulence proudění, aniž by byl vážně narušen vzájemný protiproudý tok. K tomu přispívá zejména okolnost, že vibracemi lze získat kapky rovnoměrné velikosti prosté jemných frakcí, které jsou příčinou vzniku únosů. Při rozptylování a rozvířování vibracemi je rozhodující pohyb kapalin vůči stěnám. Ten vznikne buď tím, že jsou stěny nehybné, ale na postupný pohyb kapalin je superponován pohyb periodický, nebo tím, že se pohybují periodicky tuhé stěny, které potom udílejí i kapalině ve svém okolí periodickou složku pohybu.

Příklad 1

Do extraktoru s vibrujícími patry se souhlasným pohybem pater o vnitřním průměru pracovní části 4,8 cm a její výšce 420 cm bylo protiproudě přiváděno 23,9 litru směsi uhlovodíků, obsahujících 0,78 % hmot. tetrahydrofuranu, 59,2 % hmot. toluenu, 27,3 hmot. hexanu a 63,0 litru vody. Teplota kapalin byla 25 °C. Extraktor obsahoval 41 pater z nerezové oceli s otvory o průměru 2,0 mm a o celkové ploše 7,9 % plochy pater s dvěma kruhovými průchody pro pojistnou fázi o průměru 11,5 a celkové ploše 14,6 % plochy patra. Na výstupu z extraktoru bylo dosaženo koncentrací etylénoxidu ve směsi uhlovodíků nižších než 1 ppm a tetrahydrofuranu nižších než 1,8 % hmot.

Měrný průtok obou kapalin extraktorem, to je součet obou objemových průtoků, dělený průřezem pracovní části extraktoru byl 47,4 m/h, střední doba prodlení směsi uhlovodíků v extraktoru byla 170 s.

Příklad 2

Do vibračního extraktoru stejné konstrukce jako v příkladu 1 bylo protiproudě přiváděno 23,9 l/h směsi uhlovodíků obsahují-

cích 0,69 % hmot. etylénoxidu, 16,05 % hmot. tetrahydrofuranu, 58,2 % hmot. n-hexanu, 25,96 % hmot. toluenu a 46,0 l/h 0,1 N vodného roztoku hydroxidu sodného. Na výstupu z extraktoru bylo dosaženo ve směsi uhlovodíků nulové koncentrace etylénoxidu a 0,98 % hmot. tetrahydrofuranu. Měrný průtok obou kapalin extraktorem byl 37,2 m/h. Střední doba prodlení směsi uhlovodíků v extraktoru byla 220 s.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

Způsob kontinuální extrakce etylénoxidu a tetrahydrofuranu ze směsi C_5 - C_8 alifatických uhlovodíků a C_6 - C_8 aromatických uhlovodíků protiproudu extrakcí, vyznačený tím, že se extrakce provádí vodou, s případným obsahem hydroxidu alkalického kovu, o koncentraci méně než 0,2 molu při teplotě ale-

spoň o 20 °C nižší, než je teplota varu původní směsi uhlovodíků, průtokovém poměru směsi uhlovodíků a vody 1 : 1,5, až 1 : 3, přičemž se směs uhlovodíků a vodný roztok uvádějí do intenzivního styku působením vibrací.