

(19) HU

MAGYAR
NÉPKÖZTÁRSASÁG



ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL

SZABADALMI LEÍRÁS

(11)

196041

B

Nemzetközi
osztályjelzet:
(51) NSZO,

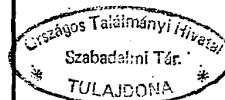
C 01 B 7/07
C 07 C 53/16

A bejelentés napja: (22) 86.07.25. (21) 3101/86

A bejelentés elsőbbsége: (33) DE:
(32) 85.07.06.
(31) (P 35 26 801.8)

A közzététel napja: (41) (42) 1988.03.28.

Megjelent: (45) 1988. X. 31.



Feltaláló(k): (72)

Müller Heinz, Brühl, dr. Lohmar Elmar, Köln, dr. Scholz
Harald, Erfstadt, DE

Szabadalmas: (71)

Hoechst AG., Frankfurt/Main, DE

(54)

Eljárás sósavgaz tisztítására

(57) KIVONAT

A találmány tárgya eljárás olyan sósavgaz tisztítására, amely ecetsavnak klórgázzal ecetsavanhidrid és/vagy acetyl-klorid jelenlétében végzett katalitikus klórozásával történő, klór-ecetsav előállításakor melléktermékként keletkezik, és amely előtisztítás után még 0,1–3 térfogat% acetyl-klorid és legfeljebb 0,1 térfogat% klór-acetyl-klorid szennyezést tartalmaz, és a tisztítást két egymásután kapcsolt, ellenáramban üzemelő, osztott mosózónában folytatják le.

A találmány szerinti eljárást úgy végzik, hogy a tisztítandó sósavgázt először az első mosózóna alsó részében 1–5 l/m³ sósavgaz, legfeljebb 15 tömeg% ecetsavat tartalmazó tömény sósavval 10–50 °C-on kezelik, és ezután a sósavgázt az első mosózóna felső részében 5–40 °C-on 0,05–1 l/m³ sósavgaz, tömény sósavval mossák, és az első mosózóna felső részéből származó sósavgázt először a második mosózóna alsó részében 10–40 °C-on 2–10 l/m³ sósavgaz, legfeljebb 15 tömeg% vizet tartalmazó kénsavval mossák, majd a sósavgázt a második mosózóna felső részében 10–30 °C-on 0,01–0,5 l/m³ sósavgaz, tömény kénsavval mossák.

A találmány tárgya sósavgáz tisztítására szolgáló eljárás. A sósavat melléktermékként kapjuk, miközben ecetsavat klórgázzal ecetsavanhidrid és/vagy acetyl-klorid jelenlétében folyamatos üzemmódban katalitikusan ecetsav-klóriddá klórozzuk.

Ismert a „Ullmanns Encyklopadie der technischen Chemie., 3. kiadás, 5. kötet, 390–391. oldal”-ból, hogy ecetsav-klórid folyamatosan előállítható, ha legalább 98% ecetsavat klórral ecetsavanhidrid és/vagy acetyl-klorid katalizátor adagolásával klórozzák. Az ílymódon, melléktermékként keletkező sósavgáz értékesítése miatt a kondenzálható részeket el kell távolítani. Ezek a kondenzálható részek értékes gyorsítók, így célszerűen az ecetsav-klórid előállítási eljárásában visszavezethetők. Ezért a leszártított gázokat friss termékekkel ellenáramban mossák és/vagy a kondenzálható részeket mélyhűtéssel eltávolítják.

Az ecetsav-klóridok előállítására ilyen jellegű eljárást közöl a 19.19.476. számú NSZK-beli közreműködési irat, amelyben az acetyl-klorid és adott esetben a reaktorból eltávozó egyéb gázok visszanyerésére a reaktorgáz körülből 20 °C hőmérsékletre lehűtik és az ecetsavból, ecetanhidridből és/vagy acetyl-kloridból álló klórozandó keverékkel ellenáramban mossák.

Az ílymódon megtisztított sósavgáz túlnyomórésztben acetyl-klorid formában 0,6–3 térfogat% karbonsav-klóridot és adott esetben egy kevés klór-acetyl-kloridot tartalmaz. Tapasztalat szerint az ílyképpen szennyezett nyers sósavgáz rendkívül korrozív hatású, különösen akkor, ha a gázt a kondenzálható részek kondenzálása érdekében összepréselik. Ezért eddig a szokványos berendezésekben az ílyen típusú nyers sósavgázt ílymódon nem lehetett oly mértékben megtisztítani, hogy a tisztított sósavgáz további kémiai reakcióban alkalmazható legyen. Ennek következtében megelégedtek azzal, hogy a nyers sósavgázt vízben, illetve sósavban abszorbeálták. Az ekkor keletkező sósav ecetsavval szennyezett. A sósav/ecetsav elegy desztillációs elválasztása a csekély forráspontkülönbség és a sósav és víz azeotróp elegy kialakulása miatt nehéz és ezenkívül gazdaságtalan is. Így az ecetsavval szennyezett sósavat gyakran el kellett dobni.

A 25 22 286.03 NSZK-beli közzétételi iratban olyan eljárást adnak meg ecetsav klórozásával történő ecetsav-klórid előállításakor keletkező sósavgáz tisztítására, amelyben a szennyezett sósavgázt ellenáramban 20–80 tömeg% kénsavból, 15–60 tömeg% ecetsavból és 5–50 tömeg% vízből álló mosófolyadékkal kezelik.

Ennek a tisztítási eljárásnak a hátránya, hogy olyan higított kénsav keletkezik, amelyet a körfolyamatba továbbítanak, és amely sok ecetsavat tartalmaz és ezenkívül az oldott sósav miatt rendkívül agresszív és íly nehezen kezelhető. Ebből csak rendkívül költséges és munkaiényes tisztítási folyamattal lehet az ecetsavat visszanyerni.

A találmány feladata volt, hogy olyan tisztítási folyamatot találjunk meg, amellyel a sósavgázt – amely ecetsav klórozásával történő klór-ecetsav előállításakor keletkezik – gazdaságosan tisztíthatjuk, és közben csak olyan anyagok keletkeznek, amelyek nem költséges tisztítási folyamattal ismét alkalmazhatók.

A találmány szerinti eljárás klór-ecetsav előállításakor keletkező sósavgáz tisztítására szolgál. A klór-

ecetsav előállításakor ecetsavat ecetsav-anhidrid és/vagy acetyl-klorid jelenlétében klórgázzal katalitikusan klórozzuk. A sósavgáz előtisztítás után még 0,1–3 térfogat% acetyl-klorid és legfeljebb 0,1 térfogat% klór-acetyl-klorid szennyezést tartalmaz. Az eljárást két egymásután kapcsolt, ellenáramban működő, osztott mosózónában folytatjuk le, azzal jellemezve, hogy a tisztítandó sósavgázt először az első mosózóna alsó részében 1–5 l/m³ sósavgáz, legfeljebb 15 tömeg% ecetsavat tartalmazó tömény sósavval 10–15 °C-on kezeljük, és ezután a sósavgázt az első mosózóna felső részében 5–40 °C-on 0,05–1 l/m³ sósavgáz tömény sósavval mossuk, és az első mosózóna felső részéből származó kénsavval mossuk, majd a sósavgázt a második mosózóna felső részében 10–30 °C-on 0,01–0,5 l/m³ sósavgáz, tömény kénsavval mossuk.

Célszerűen mindkét mosózónát egy alsó és egy felső részre osztottuk.

A találmány szerinti eljárást előnyösen íly folytatjuk le, hogy a tisztítandó sósavgázt először az első mosózóna alsó részében, 7–10 tömeg% ecetsavat tartalmazó tömény sósavval, 15–25 °C hőmérsékleten kezeljük, és ezután a sósavgázt az első mosózóna felső részében 18–20 °C hőmérsékleten tömény sósavval utánmossuk.

Előnyös, ha az első mosózóna alsó részében tömény sósavból és ecetsavból álló 2–3 l mosófolyadékot öntünk be, 1 m³ sósavgázhoz, normál körülményekre vonatkoztatva, és az első mosózóna felső részébe 0,1 l tömény sósavat öntünk 1 m³ sósavgázhoz, normál körülményekre vonatkoztatva.

Az eljárás előnyös változatát jelenti, ha az első mosózóna felső részében 0,1 l tömény sósavat öntünk 1 m³ sósavgázhoz, normál körülményekre vonatkoztatva.

Az eljárás előnyös változatát jelenti, ha az első mosózóna felső részéből a sósavgázt először a második mosózóna alsó részébe legfeljebb 10 tömeg% vizet tartalmazó kénsavval, előnyösen 15–20 °C hőmérsékleten mossuk, majd a második mosózóna felső részében a sósavgázt 18–20 °C hőmérsékleten tömény kénsavval mossuk.

Nagyon jó tisztítást érünk el, ha a második mosózóna alsó részébe 1 m³ sósavgázhoz a normál körülményekre vonatkoztatva – előnyösen legfeljebb 10 tömeg% – vizet tartalmazó 5–6 l kénsavat öntünk be.

Célszerűen a második mosózóna felső részébe 1 m³ sósavgázhoz – a normál körülményekre vonatkoztatva – előnyösen 0,02–0,1 l tömény kénsavat öntünk be.

A találmány szerinti eljárással a klór-ecetsav klórozásakor keletkező sósavgázt íly tisztítjuk, hogy az kevesebb, mint 10 ppm vizet és kevesebb, mint 5 ppm ecetsavat tartalmaz.

Az első mosózónában keletkező, legfeljebb 15 tömeg% ecetsavat tartalmazó tömény sósavat mennyiségileg visszavezethetjük a monoklór-ecetsav-előállítási folyamatba, ahol ez a sósav savklóridok, illetve anhidridek hidrolíziséhez alkalmazható.

A második mosózónában keletkező legfeljebb 15 tömeg% vizet tartalmazó kénsav kevesebb, mint 0,5 tömeg% ecetsavat és kevesebb, mint 0,1 tömeg% sósavat tartalmaz. Levegő kifúvatással a kénsav sósavtartalmát kevesebb, mint 10 ppm-re csökkenthetjük, és ezt például közvetlenül alkalmazhatjuk foszfát-ércek feltárásához.

A találmány szerinti eljárást egy folyamatábrával szemléltetjük.

A monoklor-ecetsav-előállításból a 13 vezetéken keresztül $1800 \text{ Nm}^3/\text{h}$ sósavgázt szállítunk az 1. első mosószórába. A sósavgáz 0,15 térfogat% acetil-klorid, 0,01 térfogat% klór-acetil-klorid és 0,1 térfogat% ecetsav szennyezést tartalmazott.

A 14 folyadékcirkulátatón keresztül a 11 pumpával $39,8$ tömeg% sósavat és $8,9$ tömeg% ecetsavat tartalmazó $4 \text{ m}^3/\text{h}$ mosófolyadékot szivattyúzunk az 1. első mosószórá 3. alsó részébe. A 15 sóléhűtővel 17°C hőmérsékletre állítjuk be a mosófolyadék hőmérsékletét. Az első mosószórá alsó része 700 mm belső átmérőjű és tíz harangtálcát tartalmazó kolonna rész. A 17 vezetéken keresztül a 8 tartályból 180 l/h és 20°C hőmérsékletű tömény sósavat az 1. mosószórá 4. felső részébe juttatjuk. Az első mosószórá felső része 700 mm belső átmérőjű és tíz harangtálcát tartalmazó kolonna rész. A 16 vezetéken keresztül az elhasznált mosóoldatot a 7 tartályba (monoklor-ecetsav előállítás) eresztjük le.

Az előtisztított sósavgáz a 18 vezetéken keresztül elhagyja az első mosószórá és innen a 2. második mosószórába kerül.

A 2. mosószórá 5. alsó részében a sósavgázt a 19 folyadékcirkulátatón keresztül 12. pumpa segítségével $7,9$ tömeg% vizet tartalmazó $10 \text{ m}^3/\text{h}$ kénssavval mossuk. A második mosószórá alsó része 700 mm belső átmérőjű és tíz harangtálcát tartalmazó kolonna rész.

A 19. folyadék cirkulátatót a 21. sóléhűtővel 16°C hőmérsékletre temperáljuk. A 2. második mosószórá 6. felső része 700 mm belső átmérőjű és tíz harangtálcát tartalmazó kolonna rész, ahova a 10. tartályból a 23. vezetéken keresztül 60 l/h tömény kénssavat öntünk be. A tisztított sósavgáz a 2. második mosószórá a 20. vezetéken keresztül hagyja el. A sósavgáz 10 ppm -nél kevesebb víz és 5 ppm -nél kevesebb ecetsav szennyezést tartalmaz.

A 22. vezetéken keresztül a 9. tartályba leengedett elhasznált kénssav $7,9$ tömeg% víz mellett még $0,5$ tömeg%-nál kevesebb ecetsavat és $0,09$ tömeg% sósavat tartalmaz.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

5. 1. Eljárás olyan sósavgáz tisztítására, amely ecetsavnak klórgázzal ecetsavanhidrid és/vagy acetil-klorid jelenlétében végzett katalitikus klórozásával történő klór-ecetsav előállításakor melléktermékként keletkezik, és amely előtisztítás után még $0,1$ – 3 térfogat% acetil-klorid és legfeljebb $0,1$ térfogat% klór-acetil-klorid szennyezést tartalmaz, és a tisztítást két egymásután kapcsolt, ellenáramban üzemelő, osztott mosószórában folytatjuk le, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a tisztítandó sósavgázt először az első mosószórá alsó részében 1 m^3 sósavgázra vonatkoztatva 1 – 5 l legfeljebb 15 tömeg% ecetsavat tartalmazó tömény sósavval, 10 – 50°C -on kezeljük és ezután a sósavgázt az első mosószórá felső részében 5 – 40°C -on, 1 m^3 sósavgázra vonatkoztatva $0,05$ – 1 l tömény sósavval mossuk, és az első mosószórá felső részéből származó sósavgázt először a második mosószórá alsó részében, 10 – 40°C -on, 1 m^3 sósavgázra vonatkoztatva 2 – 1 l legfeljebb 15 tömeg% vizet tartalmazó kénssavval mossuk, majd a sósavgázt a második mosószórá felső részében 10 – 30°C -on, 1 m^3 sósavgázra vonatkoztatva $0,01$ – $0,5 \text{ l}$ tömény kénssavval mossuk.
25. 2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az első mosószórá alsó részében 15 – 25°C -on 1 m^3 sósavgázra vonatkoztatva 2 – 3 l , 7 – 10 tömeg% ecetsavat tartalmazó tömény sósavat juttatunk.
30. 3. Az 1. igénypont szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy az első mosószórá felső részében 18 – 20°C -on 1 m^3 sósavgázra vonatkoztatva $0,1 \text{ l}$ tömény sósavat juttatunk.
35. 4. Az 1. igénypont szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a második mosószórá alsó részében 15 – 20°C -on, 1 m^3 sósavgázra vonatkoztatva 5 – 6 l , legfeljebb 10 tömeg% vizet tartalmazó kénssavat juttatunk.
40. 5. Az 1. igénypont szerinti eljárás, a z z a l j e l l e m e z v e , hogy a második mosószórá felső részében 18 – 20°C -on, 1 m^3 sósavgázra vonatkoztatva $0,02$ – $0,1 \text{ l}$ tömény kénssavat juttatunk.

1 db rajz

Kiadja: Országos Találmányi Hivatal
Felelős kiadó: Himer Zoltán o.v.

KODEX

