



(12) Ausschließungspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

(11) DD 286 168 A5

5(51) C 07 C 47/09
B 01 J 3/03
B 01 J 8/26
B 01 D 1/30

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD C 07 C / 330 769 5

(22) 13.07.89

(44) 17.01.91

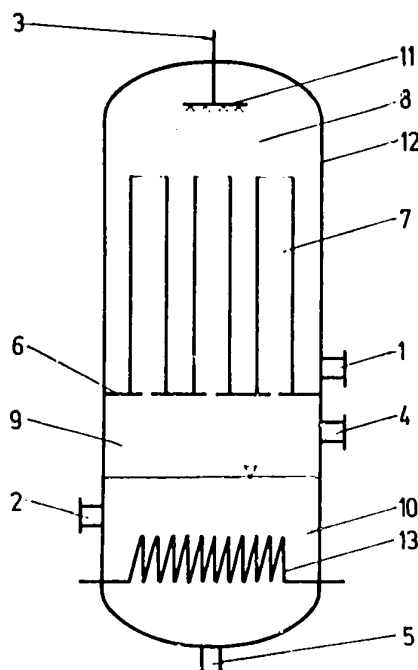
(71) VEB Chemieanlagenbaukombinat Leipzig – Grimma, Brühl 76, Leipzig, 7010, DD

(72) Mertke, Klaus-Peter, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Goldstein, Wolfgang, Dipl.-Krist.; Herklotz, Manfred; Specht, Harald, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem., DD

(73) VEB Chemieanlagenbaukombinat Leipzig – Grimma, Leipzig, 7010; VEB Kombinat Leipziger Metallbau, Böhmlitz-Ehrenberg, 7152, DD

(54) Vorrichtung zur Reinigung von Kontaktsäure der Acetaldehydherstellung

(55) Kontaktsäure; Acetaldehyd;
Kontaktsäureregenerierung; Reinigung (Techn);
Dünnschichtverdampfung; Vakuum
(57) Die Erfindung beinhaltet eine Vorrichtung zur
Reinigung von Kontaktsäure der Acetaldehydherstellung.
Sie betrifft eine Vorrichtung zur nahezu vollständigen
Entfernung der organischen Bestandteile aus der
verbrauchten Kontaktsäure und der gezielten
Beeinflussung der Abscheidung des
Kontaktsäureschlammes. Merkmale der Erfindung
bestehen darin, daß in einem Reaktorgefäß Einrichtungen
zum Abdampfen der organischen Bestandteile sowie ein
Beruhigungs- und Absetzraum für die vorgereinigte
Kontaktsäure vorgesehen ist, in diesem Kühleinrichtungen
angeordnet sind, die nur bis zum unteren Bereich des
Abzugsstutzens für die gereinigte Kontaktsäure reichen.
Dadurch wird erreicht, daß organische Bestandteile
kontinuierlich ausgetrieben werden, Verkrustungen in den
nachgeschalteten Apparaten reduziert und damit
Umweltbelastungen erheblich gesenkt werden. Figur



Patentansprüche:

1. Vorrichtung zur Reinigung von Kontaktsäure der Acetaldehydherstellung in Form eines Reaktorgefäßes mit Einrichtungen zum Abdampfen der organischen Bestandteile sowie einem Beruhigungs- und Absetzraum für die vorgereinigte Kontaktsäure, **dadurch gekennzeichnet**, daß in dem Beruhigungs- und Absetzraum (10) Kühleinrichtungen (13) angeordnet sind.
2. Vorrichtung nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Kühleinrichtungen (13) nur bis zum unteren Bereich des Abzugstutzens (2) für die gereinigte Kontaktsäure reichen.
3. Vorrichtung nach Anspruch 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Kühleinrichtungen (13) als von einem Wärmeträger durchströmte Wärmetauscher ausgebildet sind.
4. Vorrichtung nach Anspruch 1 und 2, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Kühleinrichtungen (13) als mit der Wand des Reaktorgefäßes (12) wärmeleitend verbundene Wärmeleitelemente ausgebildet sind.
5. Vorrichtung nach Anspruch 1, 2 und 4, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Wärmeleitelemente vorwiegend senkrecht angeordnet sind.
6. Vorrichtung nach Anspruch 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Beruhigungs- und Absetzraum (10) mit den Kühleinrichtungen (13) getrennt von den übrigen Reinigungsrichtungen angeordnet ist.

Hierzu 1 Seite Zeichnung

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft eine Vorrichtung zur Reinigung der verbrauchten Kontaktsäure bei der Herstellung von Acetaldehyd aus Acetylen und Wasser.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Der Herstellung von Acetaldehyd aus Acetylen und Wasser erfolgt im Generator mittels Quecksilberkatalysator. Dazu wird in den Generator regenerierte Kontaktsäure mit einem großen Anteil von Eisen-(III)-sulfat eingebracht, um die Oxidation des Quecksilbers zu Quecksilber-(II)-sulfat zu erreichen. Verbrauchte Kontaktsäure, die das gebildete Eisen-(II)-sulfat enthält, wird gleichzeitig ständig abgezogen.

Diese verbrauchte Kontaktsäure wird bekannterweise in Behältern gesammelt, in welchen sich bereits Kontaktsäureschlamm abgesetzt. Um eine weitere Polymerisation der organischen Bestandteile zu vermeiden, wird der enthaltende Acetaldehyd, der Crotonaldehyd sowie die Essigsäure mittels Niederdruckdampf in einer Auskochkolonne aus der Kontaktsäure ausgedampft. Trotzdem erfolgen in den nachgeschalteten Behältern noch erhebliche Ablagerungen und Verkrustungen.

Um das Verfahren der industriellen Acetaldehydherstellung umweltfreundlicher zu gestalten, wird zum Beispiel in der DD-PS 239590 eine Maßnahme zur Quecksilberückgewinnung beschrieben.

In der DD-PS 256829 wird ein Brüdenabscheider für einen Rotationsdünnschichtverdampfer beschrieben, in welchem hochviskose Produkte, wie Polymerlösungen, behandelt werden. Bei einem im oberen Bereich des Rotorgrundkörpers befindlichen zylindrischen Hohlkörpers ist dieser mit zur Rotorachse geneigten, nach unten fördernde Leitbleche bestückt. Die Übertragung der Vorrichtung auf die Reinigung der niedrigviskosen Kontaktsäure ist jedoch wegen der Verkrustungsgefahr nicht möglich.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist es, eine Vorrichtung zur Reinigung von Kontaktsäure der Acetaldehydherstellung zu entwickeln, mit der die Abscheidung der Verunreinigungen, insbesondere der nicht löslichen Bestandteile, verbessert wird.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Vorrichtung zur Reinigung von Kontaktsäure der Acetaldehydherstellung zu schaffen, mit der bei einem kontinuierlichem Durchlauf der verbrauchten Kontaktsäure eine nahezu vollständige Entfernung der nicht löslichen Bestandteile erreicht wird, ohne daß nennenswerte feste Ablagerungen in der Vorrichtung und den nachfolgenden Apparaten auftreten.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß in einem Reaktorgefäß Einrichtungen zum Abdampfen der organischen Bestandteile sowie ein Beruhigungs- und Absetzraum für die vorgereinigte Kontaktsäure vorgesehen sind. In dem Beruhigungs- und Absetzraum sind Kühleinrichtungen so angeordnet, daß die Absinkbewegung der Schwebeteilchen nicht oder unwesentlich behindert wird.

Zweckmäßigerweise reichen die Kühleinrichtungen dabei nur bis zum unteren Bereich des Abzugstutzens für die gereinigte Kontaktsäure.

Es ist vorteilhaft, entweder die Kühleinrichtungen als von einem flüssigen oder gasförmigen Wärmeträger durchflossenen Wärmetauscher oder als mit der Wand des Reaktorgefäßes wärmeleitend verbundene Wärmeleitelemente auszubilden. Dabei ist es zweckmäßig, die Wärmeleitelemente vorrangig senkrecht anzuordnen. Entsprechend einer weiteren vorteilhaften Ausführungsform ist der Beruhigungs- und Absetzraum mit den Kühleinrichtungen getrennt von den übrigen Reinigungseinrichtungen angeordnet.

Ausführungsbeispiel

Die Erfindung soll nachstehend an einem Ausführungsbeispiel näher erläutert werden. In der dazugehörigen Zeichnung ist die Vorrichtung als Schema dargestellt.

Die Vorrichtung besteht aus einem vakuumfesten Reaktorgefäß 12, an dem je ein Stutzen für den Kontaktsäurezulauf 1, den Kontaktsäureablauf 2, die Stripdampfzufuhr 3, den Brüdenabzug 4 und den Schlammabzug 5 angeordnet sind.

In der unteren Hälfte des Reaktorgefäßes 12 ist ein Zwischenboden 6 dicht eingelassen. Über diesem Zwischenboden 6 mündet der Kontaktsäurezulauf 1 und in gleicher Höhe sind oben offene Überlaufrohre 7 angeordnet. Über diesen Überlaufrohren 7 ist ein Dampfraum 8 vorgesehen, in dem ein Stripdampfverteiler 11 angeordnet ist. Unterhalb des Zwischenbodens 6 befinden sich der Brüdensammelraum 9 sowie der Beruhigungs- und Absetzraum 10 für die vorgereinigte Kontaktsäure.

In diesem Beruhigungs- und Absetzraum 10 sind Kühleinrichtungen 13 angeordnet, welche nur bis zum unteren Bereich des Stutzens für den Kontaktsäureablauf 2 reichen und das Absinken der Schwebeteilchen nur unwesentlich behindern.

Die Kühleinrichtungen 13 sind so ausgebildet, daß sie von einem flüssigen Wärmeträger durchflossen werden.

Aus dem Generator kommend gelangt die verbrauchte Kontaktsäure mit den zu entfernenden Bestandteilen von 0,4% Acetaldehyd, 3,0% Essigsäure und 0,2% Quecksilber (in Masseanteilen) in das Reaktorgefäß 12 zur Entfernung der organischen Bestandteile und zur Abscheidung des Kontaktsäureschlammes mit den Quecksilberverbindungen.

An diesem Reaktorgefäß 12 ist eine Vakuumpumpe zur Erzeugung von etwa 25 Torr angeschlossen.

Über dem Kontaktsäurezulauf 1 werden dem Reaktorgefäß 12 kontinuierlich 4,0 m³/h verbrauchte Kontaktsäure mit einer Dichte von 1,25 g/cm³ zugeführt.

Als Brüden werden etwa 19 kg/h Acetaldehyd sowie 150 kg/h Essigsäure über den Brüdenabzug 4 aus dem Reaktorgefäß 12 entfernt. Zur Unterstützung der Acetaldehydentfernung werden über den Stripdampfverteiler 11 etwa 20 kg/h ND-Dampf eingebracht, welcher als Wasserdampf mit den Brüden abgezogen wird.

Am Boden des Reaktorgefäßes 12 erfolgt die Absetzung des Kontaktsäureschlammes mit einem Anteil von etwa 80 kg/h katalytisch wirksamen Quecksilberverbindungen in dem Beruhigungs- und Absetzraum 10, welcher über den Stutzen für den Schlammabzug 5 entfernt wird.

Bei einer Verringerung der Temperatur der vorgereinigten Kontaktsäure im Beruhigungs- und Absetzraum 10 von etwa 40°C gegenüber einer Betriebsweise ohne Kühleinrichtungen 13 kann dieser um etwa 25% verkleinert werden.

Die vorgereinigte Kontaktsäure wird nach einer mittleren Verweilzeit von 12 Minuten in dem Beruhigungs- und Absetzraum 10 mit einem verbleibenden Masseanteil von Acetaldehyd unter 0,02%, was den Forderungen entspricht, kontinuierlich über den Stutzen für den Kontaktsäureablauf 2 abgezogen und den Vorratsbehältern für die Oxidieranlage zugeführt.

Die Vorteile der Vorrichtung bestehen darin, daß bei ihrem Einsatz ND-Dampfmengen von etwa 80% bezogen auf übliche Auskochkolonnen eingespart werden können, eine kontinuierliche Aufarbeitung der verbrauchten Kontaktsäure möglich wird, diese Vorrichtung leicht in bestehende Anlagen integriert werden kann und Umweltbelastungen erheblich verringert werden.

