



Patent dodatkowy

do patentu nr _____

Zgłoszono: 06.08.73 (P. 164 540)

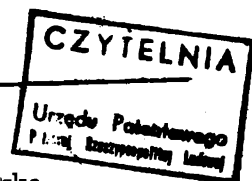
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.09.74

Opis patentowy opublikowano: 15.12.1976

MKP C07c 55/04

Int. Cl.²
C07C 55/04



Twórcy wynalazku: Anna Kur, Stanisław Ciborowski, Anna Szczygielska-Nowosielska

Uprawniony z patentu: Instytut Chemii Przemysłowej, Warszawa (Polska)

Sposób odprowadzania ciepła reakcji w procesie utleniania kwasem azotowym tlenowych pochodnych cykloheksanu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób odprowadzania ciepła reakcji w procesie utleniania kwasem azotowym tlenowych pochodnych cykloheksanu.

Proces utleniania kwasem azotowym tlenowych pochodnych cykloheksanu prowadzi się w celu otrzymania kwasu adypinowego, niekiedy w mieszaninie z kwasami glutarowym i bursztynowym. Jako surowiec organiczny stosuje się tlenowe pochodne cykloheksanu, jak cykloheksanol, cykloheksanon, mieszaninę tych związków oraz różne mieszaniny produktów utleniania cykloheksanu powietrzem w fazie ciekłej. Proces utleniania tych produktów kwasem azotowym prowadzi się na ogół pod ciśnieniem atmosferycznym, rzadziej — pod ciśnieniem zwiększonym, w temperaturze na ogół 50—90°C, przy czym mieszanina reakcyjna zawiera na ogół 30—50% wagowych kwasu azotowego.

Proces prowadzi się zwykle w sposób ciągły wprowadzając do reaktora typu zbiornikowego przy silnym mieszanii oba substraty, to znaczy kwas azotowy i tlenowe pochodne cykloheksanu oraz odbierając produkt zawierający kwasy adypinowy, glutarowy, bursztynowy, azotowy, wodę i różne zanieczyszczenia, których ilość i jakość zależy od rodzaju użytego surowca organicznego. W czasie reakcji wydziela się duża ilość ciepła, wynosząca zależnie od surowca, na przykład 2400 Kcal na kilogram substratu organicznego. Ciepło to należy odprowadzić. Odprowadzanie ciepła w rozpa-

2

trywanym układzie stwarza liczne problemy, gdyż reagująca ciecz jest bliska nasycenia kwasem adypinowym, ponieważ praca z roztworami rozcieńczonymi jest nieekonomiczna.

5 Powszechnie stosowanym sposobem odprowadzania ciepła w procesie utleniania kwasem azotowym tlenowych pochodnych cykloheksanu jest chłodzenie reaktora wodą. W dużych jednostkach produkcyjnych stosuje się na ogół chłodzenie zewnętrzne, przez które reagująca ciecz cyrkulowana jest za pomocą pompy. Rzadziej spotykanym rozwiązaniem jest chłodzenie za pomocą węzownic zamontowanych wewnątrz reaktora, lub za pomocą płaszcza.

15 Opisany wyżej sposób odprowadzania ciepła ma dwie zasadnicze wady: nie pozwala on na utylizację ciepła reakcji oraz stwarza niebezpieczeństwo krystalizacji kwasu adypinowego w chłodnicach, co prowadzi do ich zatykania i przerw w produkcji.

20 Powyższych wad nie posiada sposób będący przedmiotem niniejszego wynalazku. Sposób ten polega na tym, że reakcyjna ciecz, z której należy odprowadzić ciepło reakcji, cyrkuluje się pompą przez wymiennik ciepła, w którym z drugiej strony powierzchni wymiany ciepła znajduje się wrzący pod odpowiednim ciśnieniem roztwór ługów pokrystalicznych po krystalizacji kwasów dwukarboksylowych. Powstające opary skrapla się i odprowadza z układu.

Przez dobór odpowiedniego ciśnienia w tej części wymiennika ciepła, w której odparowuje woda z ługów pokrystalicznych ustala się temperaturę medium chłodzącego. Temperatura ta jest stała i może być ustalona na takim poziomie, przy którym nie będzie krystalizował kwas adypinowy w chłodzonym roztworze. Jednocześnie ciepło reakcji utleniania jest wykorzystywane, gdyż w każdej instalacji produkującej kwasy dwukarboksylowe przez utlenianie kwasem azotowym tlenowych pochodnych cykloheksanu ługi pokrystaliczne poddawane są zateżnieniu, przy czym potrzebne ciepło doprowadza się za pomocą pary grzejnej.

Sposób będący przedmiotem wynalazku jednocześnie zapobiega krystalizacji kwasu adypinowego, jak również pozwala na zaoszczędzenie energii cieplnej potrzebnej do zateżenia ługów pokrystalicznych.

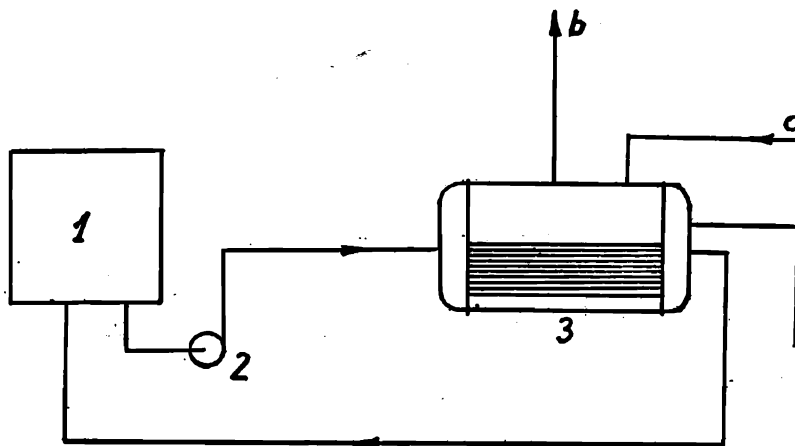
Przykład. Schemat aparatury przedstawiony jest na rysunku. Mieszaninę reakcyjną w ilości 674,20 kg/h, zawierającą głównie wodę, kwas azotowy i kwas adypinowy, posiadającą temperaturę 80°C tłoczy się z reaktora 1 pompą 2 do wymiennika ciepła 3, w którym ulega ona schłodzeniu w przestrzeni rurkowej. Opuszczająca wymiennik 3 mieszanina o temperaturze 70°C powraca do reaktora 1.

Do przestrzeni międzyrurkowej wymiennika ciepła 3 wprowadzany jest przewodem a roztwór

kwasów dwukarboksylowych poddawany zateżnieniu w ilości 12832 kg/h zawierający 5,9% wagowych sumy kwasów adypinowego, glutarowego i bursztynowego. W przestrzeni międzyrurkowej wymiennika 3 utrzymuje się ciśnienie około 140 mm Hg, w warunkach tych znajdujący się tam roztwór wrze w temperaturze około 60°C. Z wymiennika ciepła 3 odprowadza się opary przewodem b zawierające głównie wodę w ilości około 6980 kg/h, z dolnej zaś części międzyrurkowej przewodem c odprowadzany jest zateżniony roztwór w ilości 5852 kg/h zawierający 13,0% wagowych sumy kwasów adypinowego, glutarowego i bursztynowego.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób odprowadzania ciepła reakcji w procesie utleniania kwasem azotowym tlenowych pochodnych cykloheksanu, **znamienny tym**, że ciecz reakcyjną cyrkuluje się przez przepływowy wymiennik ciepła, w którym po drugiej stronie powierzchni wymiany ciepła znajdują się ługi pokrystaliczne zawierające kwasy adypinowy, ewentualnie również kwasy glutarowy i bursztynowy, przy czym ciśnienie w tej części wymiennika ciepła utrzymuje się na takim poziomie, aby znajdującą się tam ciecz wrzała w żądanej temperaturze w zakresie 40–90°C, zaś tworzące się opary skrapla się za pomocą wody chłodzącej.



Cena 10 zł