



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

205279

(11)

(13)

/61/ Autorské osvědčení je závislé na autorském
osvědčení č. 179851

/22/ Přihlášeno 29 12 79
/21/ /PV 9591-79/

(51) Int. Cl.³
C 07 C 85/26
C 07 C 87/52

(40) Zveřejněno 31 07 80

(45) Vydáno 15 11 82

(75)

Autor vynálezu

PAŠEK JOSEF ing. CSc., MILLER VĚROSLAV ing. a HORÁKOVÁ EMA ing.,
PRAHA

(54) Způsob využití kondenzačního tepla anilinu při rektifikaci surového anilinu

1

Vynález se týká způsobu využití kondenzačního tepla anilinu při rektifikaci surového anilinu.

Při katalytické redukci nitrobenzenu se reakční produkt skládá ze dvou kapalných fází - surového anilinu a anilinové vody. Surový anilin je nasycen vodou v množství asi 5 % hmot. a obsahuje malé množství nitrobenzenu v koncentračním rozmezí 10^{-4} až 10^{-1} % hmot. vedle malého množství vedlejších produktů hydrogenace, jako jsou benzen, fenylcyklohexylamin, cyklohexylamin, cyklohexanol, smoly aj. v celkovém množství, které obvykle nepřesahuje 1 %. Anilinová voda obsahuje pouze rovnovážné množství anilinu, 3,6 % při 30 °C. Obě vrstvy se zpracují rektifikací. Z anilinové vody se na koloně vyvařuje anilin s vodou a destilát se přidává k hydrogenačnímu produktu. Ze surového anilinu se vydestiluje voda a níže vroucí podíly, dále se oddělí čistý anilin od výše vroucích látek. Obě vrstvy se obvykle rektifikují kontinuálně.

Podle AO 179 851 se ze surového anilinu na první koloně oddělí voda a níže vroucí látky, event. s jistým množstvím anilinu, na druhé koloně za tlaku 20 až 40 kPa se oddělí většina čistého anilinu a zbylých 5 až 10 % anilinu se vydestiluje na třetí koloně za tlaku 1,5 až 10 kPa. Přitom se studený surový anilin nastříkovaný do první kolony přehřívá na teplotu 120 až 150 °C parami anilinu ze druhé kolony na teplotu 120 až 150 °C parami anilinu ze druhé kolony, čímž se využije část kondenzačního tepla anilinových par. Obvykle se anilin odděluje od destilačních zbytků na jedné koloně, což vyžaduje rektifikaci při tlaku 1,5 až 10 kPa. Za tohoto tlaku musí být anilinová kolona mnohem širší než při destilaci za tlaku 20 až 40 kPa podle AO 179 851 a má-li mít srovnatelnou účinnost s dvoustupňovou destilací, pak musí mít minimálně stejný počet pater jako obě kolony podle AO 179 851 dohromady.

205279

Varianta rektifikace anilinu na dvou kolonách podle AO 179 851 je investičně levnější, protože hmotnost obou kolon je asi jen poloviční než hmotnost jedné kolony při rektifikaci anilinu za tlaku 1,5 až 10 kPa. Úspory investic se zvětšují ještě tím, že v poslední době se s ohledem na kvalitu - barvu anilinu rektifikuje anilin v zařízení z chrom-niklové oceli. Při kondenzaci anilinových par za teploty 130 až 152 °C se využije jen 20 až 40 % kondenzačního tepla na předehřátí surového anilinu; konkrétní hodnota využití tepla závisí na refluxním poměru anilinové kolony. Teplota kondenzace par anilinu kolem 140 °C nedává možnost zužitkování kondenzačního tepla na výrobu vodní páry vhodné k rozvodu do parní sítě závodu.

Uvedený základní vynález dále zdokonaluje předložený vynález, jehož podstatou je, že se páry anilinu o teplotě 130 až 152 °C nechají kondenzovat ve výměníku, ve kterém se kondenzačním teplem zahřívá patový produkt kolony na rektifikaci anilinové vody. Výhodné je, jestliže se teplo mezi kondenzátorem par anilinu a spodní částí kolony na rektifikaci anilinové vody přenáší vodou s nucenou cirkulací o rychlosti proudění 5 až 15 m³ vody na 1 t kondenzovaného anilinu. Rovněž je vhodné, jestliže se v kondenzátoru anilinových par vyvíjí pára s přirozenou cirkulací, která se vede do spodní části kolony na rektifikaci anilinové vody, přičemž jako napájecí voda pro kondenzátor se s výhodou použije destilační zbytek z rektifikace anilinové vody.

Kondenzační teplo při rektifikaci anilinu za tlaku 20 až 40 kPa lze způsobem podle vynálezu prakticky úplně využít tak, že se páry anilinu o teplotě 130 až 152 °C kondenzují ve výměníku, v němž se kondenzačním teplem vyhřívá patový produkt rektifikace anilinové vody. Při výrobě anilinu katalytickou redukcí nitrobenzenu vyžaduje vydestilování anilinu z anilinové vody téměř tolik tepla, kolik je ho nutno odvést při kondenzaci par čistého anilinu, jestliže reflux anilinové kolony představuje 50 až 100 % odtahu.

Vzhledem k tlakové ztrátě kolony na zpracování anilinové vody je bod varu destilačního zbytku, vody zbavené anilinu, 103 až 110 °C a výměna tepla tedy vyžaduje teplotu kondenzace nejméně 130 °C, nejlépe 140 až 150 °C. Pokud množství kondenzačního tepla anilinu přesahuje teplo potřebné k odstranění anilinu z anilinové vody, pak to není na závadu, protože intenzivnější destilace anilinové vody může vést jen k lepšímu vyčištění. Jinou možností likvidace přebytečného tepla je instalace menšího doplňkového kondenzátoru anilinových par.

Sdílení tepla mezi kondenzujícími parami anilinu a destilačním zbytkem kolony anilinové vody je možno uskutečnit několika alternativami, z nichž zvláště výhodné jsou dvě.

Podle první alternativy se trubkami kondenzátoru anilinu pomocí cirkulačního čerpadla prohání relativně velkou rychlostí destilační zbytek z kolony anilinové vody a směs páry a kapalně vody se vrací do spodu kolony nad hladinu kapaliny.

Podle druhé alternativy se v trubkách kondenzátoru odpařuje voda s přirozenou cirkulací; v připojeném odlučovači se oddělí pára od vody a pára se vede do spodu kolony na rektifikaci anilinové vody. Do odlučovače se přidává voda, nejlépe destilační zbytek z kolony anilinové vody.

V první variantě je vhodné pracovat s ležatým výměníkem, ve druhé s vertikálním.

Obě alternativy dovolují náhradní řešení, a to chlazení kondenzátoru běžnou chladicí vodou a zahřívání kolony anilinové vody parou ze sítě. Obě řešení jsou blíže objasněna následujícími příklady s přiloženými obrázky.

P ř í k l a d 1 (obr. 1)

Surový anilin se s teplotou 35 °C nastříkuje do předehříváče (1), v němž se zahřívá parami anilinu na 130 °C a vede se do předkové kolony (2). Anilin zbavený na předkové koloně vody a látek s nižším bodem varu, než má anilin, se ze spodu předkové kolony (2) odtahuje čerpadlem (3) na produkční kolonu (4) zhotovenou z chromniklové oceli a pracující při 27 kPa na hlavě kolony. Vařák (5) je vyhříván parou o tlaku 1,7 MPa. Ze spodu produkční kolony (4) se odtahují zakonzentrované destilační zbytky čerpadlem (6) na zbytkovou kolonu, kde se oddestiluje zbytek anilinu za tlaku 5 MPa. Anilin vydestilovaný na zbytkové koloně je možno prodat jako produkt horší kvality, anebo vrátit do surového anilinu.

Z hlavy produkční kolony (4) odcházejí páry anilinu s teplotou 140 °C a předávají teplo ve výměníku (1), hlavní část anilinu kondenzuje ve výměníku (7). Výměník (7) je chlazen vodou cirkulující mezi kolonou anilinové vody (11) a výměníkem (7) pomocí čerpadla (12). Teplota ve spodu kolony (11) je 105 °C. Na hlavu kolony (11) se nastříkuje anilinová voda obsahující 3 % hmot. anilinu, ze spodu kolony se pomocí čerpadla (12) odtahuje vyčištěná voda s obsahem pod 0,01 % anilinu. Intenzitu chlazení kondenzátoru (7) lze regulovat obtokem čerpadla (12).

V produkční koloně (4) a v kondenzátorech (1) a (7) je potřebné vakuum udržováno vývěvou, která odsává nezkondenzované plyny přes pojistný chladič (8). Kapalný anilin je jímán v barometrické předloze (9), odkud je dopravován čerpadlem (10) jednak na reflux kolony (4), jednak jako čistý anilin do skladu.

P ř í k l a d 2 (obr. 2)

Schéma je totožné s příkladem 1, až na uspořádání chlazení kondenzátoru (7). Kondenzátor (7) spolu s odlučovačem (13) tvoří vyvíječ páry s přirozenou cirkulací vody. Pára se z odlučovače (13) vede do spodu kolony (11). Čerpadlem (12) se doplňuje hladina vody v odlučovači (13) a zároveň se ze spodu kolony (11) odtahuje voda zbavená anilinu. Ve srovnání s předchozí variantou je spotřeba energie na pohon čerpadla (12) o řád nižší, na druhé straně vyžaduje toto řešení navíc odlučovač (13) se samočinnou regulací hladiny.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob využití kondenzačního tepla při rektifikaci surového anilinu za tlaku 20 až 40 kPa podle AO 179 851, vyznačený tím, že páry anilinu o teplotě 130 až 152 °C se nechají kondenzovat ve výměníku, ve kterém se kondenzačním teplem zahřívá patový produkt kolony na rektifikaci anilinové vody.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se teplo mezi kondenzátorem par anilinu a spodní částí kolony na rektifikaci anilinové vody přenáší vodou s nucenou cirkulací o rychlosti proudění 5 až 15 m³ vody na 1 t kondenzovaného anilinu.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se v kondenzátoru anilinových par vyvíjí pára s přirozenou cirkulací, která se vede do spodní části kolony na rektifikaci anilinové vody, přičemž jako napájecí voda pro kondenzátor se s výhodou použije destilační zbytek z rektifikace anilinové vody.

2 listy výkresů



