

**POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA**



**URZĄD
PATENTOWY
PRL**

O P I S P A T E N T O W Y 100345

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 30.12.75 (P. 186123)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 15.08.77

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1979

Int. Cl² . B01J 1/00

CELTENIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Andrzej Krzysztoforski, Stanisław Ciborowski, Kazimierz Balcerzak,
Tadeusz Vieweger, Józef Gwizdak, Eugeniusz Rajski,
Stanisław Sumara, Andrzej Kasznia, Marian Paciorek
Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego
Tarnów (Polska)

Urządzenie do prowadzenia wstępnego rozdziału surowych produktów syntez organicznych

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do prowadzenia wstępnego rozdziału surowych produktów syntez organicznych, prowadzonych w fazie ciekłej pod zwiększonym ciśnieniem i w podwyższonej temperaturze.

Często reakcję przebiegającą w temperaturze przekraczającej temperaturę wrzenia substratów i/lub produktów pod ciśnieniem atmosferycznym korzystnie jest prowadzić w fazie ciekłej. Stosuje się w tym celu ciśnienie zwiększone. Natomiast dalsze etapy procesu, w szczególności rozdział produktów reakcji, można a nawet korzystnie jest prowadzić bądź pod ciśnieniem niższym niż ciśnienie reakcji, bądź nawet pod ciśnieniem atmosferycznym. W takich wypadkach pierwszą operacją, następującą najczęściej bezpośrednio po reakcji, jest obniżenie ciśnienia. Obniżenie ciśnienia wiąże się z adiabatycznym odparowaniem nieprzereagowanych substratów i/lub produktów reakcji i z podziałem mieszaniny poreakcyjnej na część parową i część ciekłą. W niektórych wypadkach operację redukcji ciśnienia i adiabatycznego odparowania (ekspansję) można korzystnie łączyć z innymi operacjami jak np. ekstrakcją niektórych, zwłaszcza ubocznych produktów reakcji, grawitacyjnym rozdzielaniem powstałych mieszanin, neutralizacją kwaśnych produktów reakcji itp.

Typowym przykładem procesu w którym stosuje się wstępny rozdział surowego produktu reakcji obejmującym omówione wyżej operacje, jest proces utleniania cykloheksanu tlenem powietrza. Reakcja utleniania cykloheksanu prowadzona jest w celu utrzymania wysokiej selektywności — z niską konwersją a zatem mieszanina poreakcyjna zawiera głównie cykloheksan oraz użyteczne produkty reakcji tj. cykloheksanol i cykloheksanon, a także produkty uboczne, jak kwasy, estry itp.

Mieszaninę poreakcyjną z reguły poddaje się rozprężaniu do ciśnienia niższego niż ciśnienie reakcji, przy czym odparowaniu ulega część nieprzereagowanego cykloheksanu; powstałe pary zawierają będą również — zgodnie z zasadami równowagi międzyfazowej — małe ilości cykloheksanolu i cykloheksanonu, w związku z czym muszą być odprowadzane do dalszej przeróbki destylacyjnej.

Zgodnie z polskim opisem patentowym nr 71466 operację ekspansji mieszaniny poreakcyjnej można korzystnie połączyć z ekstrakcją wodą kwasów organicznych z pozostałości poekstansyjnej, a następnie

z rozdziałem powstałej mieszaniny dwufazowej. Ekstrakcję można prowadzić również wodnymi roztworami alkaliów, łącząc ją tym samym z neutralizacją kwasów. Ponieważ cykloheksan tworzy z wodą heteroazeotrop o temperaturze wrzenia niższej od temperatury wrzenia każdego ze składników, wprowadzenie wody lub wodnego roztworu alkaliów powodować będzie odparowanie pewnej ilości heteroazeotropu, który należy odprowadzić łącznie ze wspomnianymi wyżej powstałymi w wyniku ekspansji parami. Po rozwarstwieniu mieszaniny powstałej podczas ekstrakcji, otrzymuje się fazę lekką (organiczną) zawierającą głównie cykloheksan oraz cykloheksanol i cykloheksanon, którą kieruje się do destylacyjnego rozdziału łącznie z parami o których mowa wyżej, oraz fazę ciężką (wodną) zawierającą wyekstrahowane kwasy lub ich sole, którą doprowadza się oddzielnie do dalszej przeróbki.

Trudnością, którą trzeba było przezwyciężyć przy realizacji przemysłowej wstępnego rozdziału surowych produktów syntez organicznych o charakterze takim jak użyta wyżej tytułem przykładu synteza cykloheksanolu i cykloheksanonu z cykloheksanu drogą utleniania tlenem powietrza – był brak odpowiedniego rozwiązania aparaturowego. Wymagania stawiane przez proces były trudne ze względu na konieczność połączenia kilku funkcji względnie operacji możliwie w jednym aparacie, celem zredukowania do minimum połączeń rurociągowych, które – jak w wypadku procesu utleniania cykloheksanu – mogą być wypełnione substancjami niebezpiecznymi pod względem pożarowym i/lub łatwo krzepnącymi. Rozwiązanie aparaturowe winno być proste z uwagi na niezbędną niezawodność eksploatacyjną i nakłady inwestycyjne, a równocześnie winno umożliwiać ciągłe prowadzenie wszystkich wspomnianych wyżej operacji i optymalny przebieg każdej z nich.

Stwierdzono, że wymienione wymagania najlepiej spełnia urządzenie według wynalazku. Stanowi je cylindryczny aparat, łączący we wspólnej obudowie przynajmniej trzy odrębne funkcjonalnie części. Są to: część ekspansyjna posiadająca wlot surowego produktu reakcji, wylot wyekspandowanych par przedłużony do wnętrza aparatu, oraz półkę z przelewem, korzystnie perforowaną, zaopatrzoną w doprowadzenie ekstrahenta, korzystnie w postaci perforowanych rur, część ekstrakcyjną, położoną poniżej części ekspansyjnej, składająca się z przynajmniej jednej, korzystnie dwóch półek zaopatrzonych w szykany kierunkowe, posiadających odprowadzenie par mogących się utworzyć wskutek kontaktu produktu z ekstrahentem oraz część rozdzielającą, położoną poniżej części dwufazowej oraz wylot fazy lekkiej w górnej części i wylot fazy ciężkiej w dolnej części.

Urządzenie według wynalazku jest przedstawione w przykładzie wykonania na rysunku, przy czym fig. 1 przedstawia przekrój podłużny, a fig. 2 – przekrój poprzeczny w miejscu A–A.

Urządzenie łączy we wspólnej obudowie część ekspansyjną 1, część ekstrakcyjną 2 i część rozdzielającą 3. Część ekspansyjna 1 posiada wlot surowego produktu 4 usytuowany styknie do jej ścianek oraz wylot wyekspandowanych par 5, usytuowany pionowo w osi aparatu. Jest on przedłużony do wnętrza aparatu rurą 6 sięgającą poniżej wlotu surowego produktu, co zapewnia na zasadzie cyklonu dobre oddzielenie kropeł surowego produktu reakcji od wyekspandowanych par. Część ekspansyjna zamknięta jest od dołu perforowaną półką 7, zaopatrzoną w przelew rurowy 8 jedną lub więcej rur perforowanych 9, służących do wprowadzania ekstrahenta pod powierzchnię cieczy. Część ekstrakcyjna posiada półkę perforowaną 10 z przelewem krawędziowym 11 oraz jedną lub więcej rur perforowanych 12, służących do wprowadzania pozostałej części ekstrahenta. Poniżej półki perforowanej znajdują się dwie półki 13 zaopatrzone w szykany kierunkowe 14, usytuowane w taki sposób, że tworzą system labiryntowy, wydłużający drogę przepływającej cieczy, a tym samym czas kontaktu i efekt ekstrakcji.

Ze względu na opory przepływu wysokość szykan kierunkowych zwiększa się w kierunku przeciwnym do kierunku przepływu cieczy, co zapobiega przelewaniu się jej przez krawędzie szykan. Część ekstrakcyjna zaopatrzona jest w króciec 15 służy do odprowadzenia par, które mogą tworzyć się wskutek wstrzyku ekstrahenta na półkę perforowaną 10. Część rozdzielająca posiada pionowy przewód przelewowy cieczy dwufazowej 16, króciec odpływowy fazy lekkiej 17 usytuowany w górnej części, oraz króciec odpływowy fazy ciężkiej 18 usytuowany w dolnej części. Jest ona również zaopatrzona w króciec wskaźnika poziomu granicy rozdziału faz 19 oraz króciec regulatora granicy rozdziału faz 20.

W zależności od potrzeb określonych rozwiązaniem instalacji, konstrukcja urządzenia może być odpowiednio uzupełniana. Tak na przykład jeśli faza lekka ma być podawana do przeróbki nie grawitacyjnie, lecz przy użyciu pompy, pod częścią rozdzielającą może być usytuowany dodatkowo zbiornik naporowy, do którego dopływ faza lekka odprowadzana z części ekstrakcyjnej króćcem 17. Urządzenie może być w zależności od potrzeb wyposażone w szereg innych dodatkowych elementów, jak wzierniki, króciec bądź przewody wyrównujące ciśnienie w poszczególnych częściach, włazy, pomiary temperatury i ciśnienia, dodatkowe doprowadzenia itp.

Zastrzeżenie patentowe

Urządzenie do prowadzenia wstępnego rozdziału surowych produktów syntez organicznych, prowadzonych w fazie ciekłej pod zwiększonym ciśnieniem, i w podwyższonej temperaturze, z n a m i e n n e t y m, że

stanowi je pionowy cylindryczny aparat, łączący we wspólnej obudowie przynajmniej trzy odrębne funkcjonalne części, a mianowicie część ekspansyjną posiadającą wlot surowego produktu, wylot wyekspandowanych par przedłużony do wnętrza aparatu, oraz półkę z przelewem, korzystnie perforowaną, zaopatrzoną w doprowadzenia ekstrahenta, korzystnie w formie perforowanych rur, część ekstrakcyjną położoną poniżej części ekspansyjnej, układającą się z przynajmniej jednej półki perforowanej zaopatrzonej w doprowadzenia ekstrahenta, korzystnie w formie perforowanych rur, oraz przynajmniej jednej, korzystnie dwóch półek zaopatrzonych w szlaki kierunkowe, posiadających odprowadzenie par oraz część rozdzielającą położoną poniżej części ekstrakcyjnej, posiadającej przewód przelewowy cieczydwufazowej, oraz wylot fazy lekkiej w górnej części i fazy ciężkiej w dolnej części.

