



AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21)	WP C 07 C / 263 304 0	(22)	24.05.84	(44)	10.07.85
------	-----------------------	------	----------	------	----------

(71)	VEB Chemieanlagenbaukombinat Leipzig/Grimma, Außenstelle Böhlen, 7202 Böhlen, PSF 12, DD
(72)	Lorenz, Frank, Dr. Dipl.-Chem.; Schubert, Wolfgang, Dipl.-Ing.; Specht, Harald, Dipl.-Chem.; Thurm, Gerd, Dipl.-Ing.; Rehmann, Heinz; May, Oswald; Scheller, Peter; Teudt, Alfred, Dipl.-Chem.; Heusinger, Horst, Dipl.-Chem.; Haan, Gottfried, Dipl.-Phys.; Hein, Detlef, Dipl.-Ing.; Goldstein, Wolfgang, Dipl.-Kristallograph; Berger, Günter; Rudloff, Dieter, Dipl.-Chem., DD

(54) Verfahren zur Verbesserung der Absorption bei der Herstellung von Acetaldehyd

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung der Absorption bei der Umsetzung von Äthylen und Sauerstoff beziehungsweise Acetylen und Wasser gebildeten Acetaldehyds. Ziel und Aufgabe ist die Erhöhung der Konzentration des Acetaldehyds in der Rohaldehydlösung und Senkung des Trennaufwandes in der nachfolgenden Verarbeitungsstufe sowie Verbesserung des Kondensationsprozesses und Stoffaustausches. Erfindungsgemäß wird dies gelöst, daß das Gasgemisch bestehend aus Acetaldehyd, Äthylen, Wasserdampf, Sauerstoff und Inerte beziehungsweise Acetaldehyd, Acetylen, Wasserdampf und Inerte in der ersten Kühlstufe auf 65–85 °C gekühlt wird. Unmittelbar vor einer weiteren Abkühlung, welche in einer oder mehreren Stufen mittels eines oder mehrerer Kühler bei Temperaturen zwischen 85 °C und 20 °C erfolgen kann, Wasser, Wasserdampf oder Rohaldehydlösung aus dem nachgeschalteten Absorptionsturm so verdüst, daß ein Aerosol entsteht. Die feinst verteilten Flüssigkeitströpfchen wirken als Kondensationskeime und nehmen am Stoffaustausch teil. Die verdüστε Flüssigkeitsmenge vor jeder Stufe richtet sich nach der Acetaldehydkonzentration im Rohaldehydgas.

Titel der Erfindung

Verfahren zur Verbesserung der Absorption bei der Herstellung von Acetaldehyd

Anwendungsgebiet der Erfindung

- 5 Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Verbesserung der Absorption des bei der Umsetzung von Äthylen und Sauerstoff beziehungsweise Acetylen und Wasser gebildeten Acetaldehyds.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

- 10 Es ist bekannt, daß bei der Herstellung von Acetaldehyd, zum Beispiel entsprechend DD-PS 20 939 aus Äthylen oder entsprechend DD-PS 22 987 aus Acetylen, das Reaktionsgasgemisch gekühlt und anschließend der Acetaldehyd und Nebenprodukte, wie zum Beispiel Essigsäure, als sogenannte Rohaldehydlösung in Wasser absorbiert werden. Bedingt durch die große Lösungs- und Mischungswärme des Acetaldehyds erreicht man ohne zusätzlichen Einsatz von Kälte nur Konzentrationen von 7 - 10 Ma % Acetaldehyd im Rohaldehyd.
- 15
- 20 Die bisher bekannten Verfahren haben den Nachteil des hohen Wasseranteils im Rohaldehyd.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist die Erhöhung der Konzentration des Acetaldehyds in der Rohaldehydlösung und dadurch Senkung des Trennaufwandes in der nachfolgenden Ver-
5 arbeitsstufe.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, bei der Ab-
trennung des Rohaldehyds durch geeignete Mittel den
Kondensationsprozeß und damit Stoffaustausch zu ver-
10 bessern.

Erfindungsgemäß wird in dem in üblicher Weise auf ca.
85° C gekühlten und behandelten Reaktionsgasstrom un-
mittelbar vor der weiteren Abkühlung, welche in einer
oder mehreren Stufen mittels eines oder mehrerer Küh-
15 ler bei Temperaturen zwischen 85° C bis 20° C erfol-
gen kann, Wasser so verdüst, daß ein homogenes Aero-
sol entsteht.

Die feinst verteilten Wassertröpfchen wirken als Kon-
densationskeime und nehmen am Stoffaustausch teil.

20 Die verdüστε Wassermenge vor jeder Stufe richtet sich
nach der Acetaldehydkonzentration im Rohaldehydgas
und beläuft sich auf 0,6 l Wasser bis 1 l Wasser pro
m³ Rohaldehydgas.

Praktisch wird der Prozeß so geführt, daß im Kopf
25 des Kühlers oder der in mehreren Kühlstufen hinter-
einandergeschalteten Kühler durch an sich bekannte
Düsen eine der jeweiligen Kühlstufe äquivalente Menge
Wasser in den eintretenden Gasstrom verdüst wird.

Nach Abführung der Lösungs- und Mischungswärme sowie
30 der Verminderung des Wärmepotentials des Reaktions-
gases im oder in den Kühlern fällt im Sumpf des oder
jedes Kühlers eine Rohaldehydlösung hoher Konzentra-
tion an, die abgezogen wird. Nach der Kühlung wird

- das an Aldehyd stark abgereicherte Reaktionsgas einer üblichen Gaswäsche zur Auswaschung des restlichen Rohaldehyds zugeführt. Es entspricht der erfindungsgemäßen Arbeitsweise, wenn an Stelle der Verdüsung
- 5 von Wasser eine äquivalente Menge Naßdampf am Kopf des oder der Kühler in den Reaktionsgasstrom eingeblasen wird. Das Wärmepotential des Dampfes ist dann natürlich im oder in den Kühlern mit abzuführen. Eine weitere Verbesserung des Absorptionseffektes
- 10 wird dadurch erzielt, daß an Stelle von Frischwasser unmittelbar vor jedem Kühler in die Gasleitung an Stelle von Wasser Rohaldehydlösung verdüst wird. Die verdüste Menge Rohaldehydlösung beläuft sich auf 0,4 bis 2 l pro m³ Gas. Die in der Gaswäsche an-
- 15 fallende Rohaldehydlösung mit 9-11 Ma % Acetaldehyd wird zweckmäßig in einem separaten Kühler auf eine Temperatur zwischen 5° und 35° C vorzugsweise 10° bis 25° C gekühlt und ganz oder teilweise zur zweiten Kühlstufe rückgeführt.
- 20 Die besonderen Vorteile der erfindungsgemäßen Verfahrensweise gegenüber der bekannten Technik bestehen darin, daß ein Rohaldehyd hoher Konzentration erzeugt wird, welcher energie günstig weiterverarbeitet werden kann und dem relativ geringen Aufwand für
- 25 die Wasserverdüsung eine erhebliche Verringerung des apparativen Aufwandes für die Gaswäsche gegenübersteht. Es sei auch erwähnt, daß der Bedarf an Waschwasser wesentlich geringer ist.

Die Erfindung soll nachstehend an 6 Beispielen

30 näher erläutert werden:

Beispiel 1:

Ein Gasgemisch bestehend aus ca. 65 Ma % Acetaldehyd, ca. 15 Ma % nicht umgesetztes Restgas (hauptsächlich

- Äthylen) und ca. 20 Ma % Wasser wurde von 80°C auf 35°C gekühlt. Vor dieser Kühlstufe wurden 0,7 l Wasser pro m^3 Reaktionsgas verdüst. Der aus dem Kühler ablaufende Rohaldehyd hatte eine Konzentration von ca. 40 Ma % Acetaldehyd. Die Konzentration der gesamten Rohaldehydlösung bestehend aus Kühler - und Absorptionsturmabläufen belief sich auf ca. 14 Ma % Acetaldehyd.

Beispiel 2:

- Einem Gasgemisch bestehend aus ca. 73 Ma % Acetaldehyd, 10 Ma % Acetylen und ca. 15 Ma % Wasser wurden bei einer Temperatur von ca. 70°C , ca. 25 Ma % Wasser durch Düsen fein verteilt zugeführt. Anschließend wurde das Gasgemisch in einem Kühler auf eine Temperatur von ca. 35°C gekühlt. Die ablaufende Rohaldehydlösung hatte eine Konzentration von 35 - 40 Ma % Acetaldehyd. Damit erhöht sich die Gesamtkonzentration der Rohaldehydlösung auf ca. 15 Ma %.

Beispiel 3:

- Nach Behandlung des Gasgemisches entsprechend Beispiel 2 erfolgt ein nochmaliges Verdüsen von ca. 35 Ma % Wasser vor einer weiteren Kühlstufe in der das Gasgemisch auf eine Temperatur zwischen $25 - 30^{\circ}\text{C}$ gekühlt wurde. Die hier anfallende Rohaldehydlösung hatte eine Konzentration von ca. 45 Ma % Acetaldehyd.

Beispiel 4:

- Die im Sumpf des Absorptionsturmes mit einer Temperatur von 53°C anfallende Rohaldehydlösung mit

10,6 Ma % Acetaldehyd wird über eine Kreispumpe abgezogen und in einem Kühler auf $10 - 25^{\circ} \text{C}$ gekühlt. Anschließend wird diese Rohaldehydlösung durch eine Düse fein verteilt dem Gasgemisch zugeführt.

- 5 Die Lösungsmenge beträgt $0,4 \text{ l/m}^3$ Gas, die Gastemperatur am Eintritt 72°C . Die Konzentration der aus dem Kühler ablaufenden Rohaldehydlösung beträgt 43,4 Ma %. Die Konzentration der vereinigten Rohaldehydlösung (Absorptionsturm und Kühlerablauf) beträgt 14,5 gegenüber vorher 11,3 Ma %.

Beispiel 5:

- Die im Sumpf des Rieselturmes anfallende Rohaldehydlösung mit 11,4 Ma % Acetaldehyd wird entsprechend Beispiel 1 auf 24°C gekühlt und über eine Düse dem Rohaldehydgasstrom fein verteilt zugeführt. Die Lösungsmenge beträgt $0,8 \text{ l Lösung/m}^3$ Gas. Gastemperatur an der Düse 75°C . Die Aldehydkonzentration der aus dem Kühler ablaufenden Lösung beträgt 35,0 Ma %. Die Konzentration der vereinigten Rohaldehydlösung - Absorptionsturm und Kühlerablauf - beträgt 15,8 Ma % gegenüber vorher 11,9 Ma %.

Beispiel 6:

- Analog den Beispielen 4 und 5 wird die im Absorptionsturm mit 10,2 Ma % anfallende Rohaldehydlösung gekühlt, aber vor zwei Kühlern in den Gasstrom über Düsen fein verteilt. Die Gaseintrittstemperatur am ersten Kühler beträgt 74°C . Hier werden 1 l Lösung/m^3 Gas zugeführt. Der Ablauf enthält 31,8 Ma % Acetaldehyd. Die Gaseintrittstemperatur am zweiten Kühler beträgt 34°C . Hier werden $1,5 \text{ l Lösung/m}^3$ Gas verdunstet. Im Ablauf werden 27,8 Ma % Acetaldehyd bestimmt. Die Konzentration in den zur Destillation

zugeführten vereinigten Abläufen von Kühlern und
Absorptionsturm beträgt 26,7 Ma % Acetaldehyd
gegenüber vorher 11,2 Ma %.

Erfindungsanspruch

1. Verfahren zur Verbesserung der Absorption von Acetaldehyd aus auf Basis von Acetylen oder Äthylen erzeugten Gasgemischen, welche nach der Kühlung auf ca. 85°C und Abführung des Prozeßwassers einer Gastrennung durch Kondensation und Absorption unterzogen wird, gekennzeichnet dadurch, daß unmittelbar vor der weiteren Abkühlung des Gases bis auf ca. 20°C , vorzugsweise im Kopf des Kühlers durch Verdüsen von Wasser in einer Menge von 0,6 l bis 1 l pro m^3 Rohaldehydgas in den Gasstrom ein homogenes Aerosol erzeugt wird und nach der Kühlung der Gasstrom in üblicher Weise einer Absorption unterzogen wird.
2. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß an Stelle von Wasser Dampf in den Gasstrom geblasen wird.
3. Verfahren nach Punkt 1, gekennzeichnet dadurch, daß Rohaldehydlösung aus der Absorption rückgeführt und in einer Menge von 0,4 bis 2 l/m^3 Gas unmittelbar vor jedem Kühler der zweiten Kühlstufe in den Gasstrom verdüst wird, wobei die Rohaldehydlösung auf $5 - 35^{\circ}\text{C}$, vorzugsweise $10 - 25^{\circ}\text{C}$ gekühlt sein kann.
4. Verfahren nach Punkt 1 bis 3, gekennzeichnet dadurch, daß die Kühlung des Gases auf ca. 20°C in mehreren Stufen erfolgt und vor jeder Kühlstufe eine der Gasmenge äquivalente Menge Wasser oder Dampf oder Rohaldehydlösung zugeführt wird.