



Patent dodatkowy
do patentu

Zgłoszono: 27.IX.1961 (P 97 389)

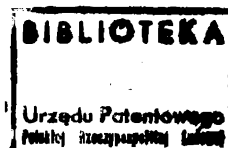
Pierwszeństwo: 30.IX.1960 Stany
Zjednoczone
Ameryki
Północnej

Opublikowano: 28.IV.1966

Kl. 12 o, 5/05

MKP C 07 d 1/14

UKD



Twórca wynalazku: John H. Lutz

Właściciel patentu: Halcon International, Inc., Nowy Jork (Stany Zjednoczone Ameryki Północnej)

Sposób wydzielania i wzbogacania tlenu etylenu

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania i wzbogacania tlenu etylenu z mieszanin zawierających oprócz tlenu etylenu także dwutlenek węgla i inne gazy obojętne.

Mieszaniny zawierające tlenek etylenu o małym stężeniu otrzymuje się przez utlenianie etylenu, zwykle przy zastosowaniu katalizatora srebrowego. Gazy otrzymane w tym procesie są płukane wodą w celu oddzielenia tlenu etylenu od nieprzereagowanego etylenu, tlenu i innych składników gazowych zawartych w mieszaninie reakcyjnej. Oddzielone w ten sposób substancje gazowe zwraca się do procesu katalitycznego utleniania etylenu.

Rozcieńczony roztwór wodny, zawierający tlenek etylenu poddaje się najpierw desorpcji celem oddzielenia tlenu etylenu, dwutlenku węgla i gazów obojętnych od ciekłych pozostałości podestylacyjnych, następnie frakcję gazową rozpuszcza się w wodzie dla oddzielenia tlenu etylenu od dwutlenku węgla i gazów obojętnych, w końcu tlenek etylenu rektyfikuje się dla uzyskania czystego tlenu etylenu.

Według dotychczas znanych sposobów proces desorpcji polega na tym, że roztwór wodny tlenu etylenu po absorpcji gazów wypływających z reaktora poddaje się działaniu niskiego ciśnienia, przy czym następuje wydzielanie z roztworu tlenu etylenu, który z kolei poddaje się sprężaniu, ochłodzeniu i ponownej absorpcji w wodzie, odbywającej się w skruberze.

Wadą tego sposobu jest konieczność sprężania

2

strumienia gazu przechodzącego ze strefy niskiego ciśnienia do ciśnienia atmosferycznego. To sprężanie podwyższa koszty własne produkcji i wymaga kosztownego zabezpieczenia, ponieważ gazy sprężone, jak również wydzielające się przy sprężaniu ciepło, stwarzają zawsze niebezpieczeństwo eksplozji.

Stwierdzono, że można uniknąć tych niedogodności, jeżeli desorpcje tlenu etylenu i pozostałych gazów z roztworu wodnego prowadzi się w temperaturze 90—150°C pod ciśnieniem, które jest wyższe od ciśnienia panującego w strefie absorpcji, dzięki czemu gazy uchodzące ze strefy oddzielania przechodzą bez pomocy kompresora przez strefę chłodzenia i skrubier. Zarówno w strefie desorpcji jak i w strefie absorpcji stosuje się ciśnienie wyższe od atmosferycznego.

Według wynalazku wodny roztwór zawierający tlenek etylenu w stanie rozcieńczonym wraz z rozpuszczonym dwutlenkiem węgla i gazami obojętnymi, poddawany jest desorpcji w celu oddzielenia frakcji gazowej, zawierającej przede wszystkim tlenek etylenu wraz z dwutlenkiem węgla i obojętnymi gazami od cieczy, którą zwraca się do absorpcji tlenu etylenu z mieszaniny reakcyjnej poddanej katalitycznemu utlenianiu. Frakcję gazową powstałą w wyniku desorpcji poddaje się ochłodzeniu w celu skroplenia tlenu etylenu i zawartej wody. Ochłodzoną mieszaninę poddaje się następnie działaniu wody w skruberze, aby spowodować dodatkową ab-

sorpcję tlenu etylenu. Nadmiar dwutlenku węgla i gazów obojętnych nie absorbuje się w wodzie i łatwo oddziela się w postaci strumienia gazu.

W wyniku tego procesu otrzymuje się wodny roztwór tlenu etylenu, wolny w zasadzie od dwutlenku węgla i obojętnych gazów. Roztwór wodny tlenu etylenu poddaje się w końcu rektyfikacji w celu oddzielenia tlenu etylenu od substancji o wyższej i niższej temperaturze wrzenia.

Przykład procesu wytwarzania tlenu etylenu, w którym stosuje się sposób według wynalazku podano poniżej w oparciu o schemat technologiczny.

Mieszaninę poreakcyjną otrzymaną przez katalizację utleniania etylenu na tlenek etylenu wprowadza się do skrubera 1 przewodem 2. Ta mieszanina gazowa oprócz gazów obojętnych zawiera 0,1—4% tlenu etylenu, 0—20% nieprzereagowanego etylenu, 0—10% tlenu, 0,1—15% dwutlenku węgla. Temperatura mieszaniny wynosi 75—300°C, a ciśnienie 14—42 ata. Przewodem 3 wprowadza się do skrubera 1 strumień wody w ilości 0,5 do 5-ciokrotnej w stosunku do ciężaru mieszaniny reakcyjnej.

W skruberze 1 woda absorbuje tlenek etylenu wraz z nieznacznymi ilościami dwutlenku węgla i obojętnych składników gazowych. Gazy niezaabsorbowane, zawierające zazwyczaj azot, tlen, dwutlenek węgla i etylen nieprzereagowany odprowadza się ze skrubera 1 przewodem 4 i zawraca je do fazy katalitycznego utleniania. Frakcja wodna o temperaturze około 20—60°C, zawierająca zaabsorbowany tlenek etylenu, dwutlenek węgla i obojętne składniki gazowe, wypływa ze skrubera 1 przewodem 5. Ta mieszanina zawiera orientacyjnie 0,1—4% tlenu etylenu. Po wstępnym ogrzaniu jej do temperatury 90—150°C w sposób niewidoczny na rysunku wprowadza się tę wodną mieszaninę do kolumny odpędowej 6, w której tlenek etylenu oraz dwutlenek węgla i inne składniki obojętne oddzielają się od wody.

Proces ten można przyspieszyć przez wprowadzenie pary do kolumny odpędowej 6. Można stosować również węzownice grzejne na dnie kolumny dla odparowania wody i innych substancji. Ciśnienie w tej kolumnie wynosi około 1,4 ata, a temperatura w górnej części około 100°C. Strumień cieczy zawierającej przede wszystkim wodę i nieznaczne ilości tlenu etylenu, kieruje się z kolumny odpędowej 6 z powrotem do skrubera 1 przewodem 3, po odpowiednim ochłodzeniu w sposób nie przedstawiony na rysunku. Frakcja gazowa w temperaturze 90—110°C przepływa z kolumny odpędowej 6 przewodem 7 do skraplacza 8, w którym obniża się temperaturę stru-

mienia gazowego w celu skondensowania tlenu etylenu i wody.

To obniżenie temperatury mieści się w granicach 15—48°C. Ochłodzony strumień cieczy i par ze skraplacza 8 przepływa następnie przewodem 9 do skrubera 10, do którego przewodem 11 wprowadza się strumień wody w stosunku 0,5—5-ciokrotnego ciężaru mieszaniny, wpływającej do skrubera 10. Temperatura strumienia wody mieści się w granicach 20—60°C. Ciśnienie w skraplaczu wynosi około 1,2 ata. Tlenek etylenu podlega absorpcji i wypływa ze skrubera 10 przewodem 12 w postaci rozcieńczonego roztworu wodnego. Znaczna część dwutlenku węgla i gazów obojętnych nie ulega absorpcji w strumieniu wody i uchodzi ze skrubera 10 przewodem 13 jako gaz wylotowy i nie bierze udziału w dalszym procesie. Wodny roztwór tlenu etylenu, zawierający zwykle około 2—15% tlenu etylenu, przepływa przewodem 12 do pompy 13, która go spręża i tłoczy przewodem 14 do kolumny rafinacyjnej 15. Kolumna ta posiada odpowiednie urządzenie grzejne np. (np. węzownice) nie przedstawione na rysunku.

W kolumnie rafinacyjnej 15 ciecz zostaje sfracjonowana przez destylację dla wydzielenia w górnej części kolumny tlenu etylenu, który pod ciśnieniem około 4,2 ata i w temperaturze około 52°C przepływa z kolumny 15 przewodem 16 do skraplacza 17. Pozostałości porafinacyjne są zawracane do skrubera 10 przewodem 11. Ze skraplacza 17 wychodzi przewodem 18 tlenek etylenu wysokiej wartości, który może być poddany dalszej rafinacji w celu podwyższenia czystości ponad 99,5%. Pary niekondensowane w skraplaczu 17 można zawracać do skrubera 10 w sposób nie pokazany na rysunku.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wydzielenia i wzbogacania tlenu etylenu z jego wodnych roztworów zawierających dwutlenek węgla i obojętne gazy, przez desorpcję gazów z roztworu, chłodzenie strumienia gazów i kondensację oraz absorpcję w skruberze w przeciwnym kierunku do strumienia wody, a następnie rektyfikację otrzymanego w skruberze wodnego roztworu zawierającego tlenek etylenu, **znamienny tym**, że desorpcję gazów prowadzi się w temperaturze 90—150°C pod ciśnieniem wyższym od atmosferycznego zaś absorpcję gazów w skruberze prowadzi się też przy ciśnieniu podwyższonym, lecz niższym od ciśnienia w strefie desorpcji, dzięki czemu uzyskuje się samorzutny przepływ gazów ze strefy desorpcji przez strefę chłodzenia i skrubera.

