



SUOMI—FINLAND

(FI)

Patentti- ja rekisterihallitus
Patent- och registerstyrelsen

[B] (11) KUULUTUSJULKAISU
UTLÄGGNINGSSKRIFT 56961

C (45) Patentti myönnetty 10.15.1980
Patent meddelat

(51) Kv.kl./Int.Cl.⁸ **C 07 C 7/04**
B 01 D 3/34

(21) Patentihakemus — Patentansöknin	2218/72
(22) Hakemispäivä — Ansökningsdag	10.08.72
(23) Alkupäivä — Giltighetsdag	10.08.72
(41) Tullut julkiseksi — Blivit offentlig	12.02.73
(44) Nähtäväksi panon ja kuul.julkaisun pvm. — Ansökan utlagd och utl.skriften publicerad	31.01.80
(32)(33)(31) Pyydetty etuoikeus — Begärd prioritet	11.08.71

USA(US) 170864

- (71) Universal Oil Products Company, Ten UOP Plaza-Algonquin & Mt.
Prospect Roads, Des Plaines, Illinois 60016, USA(US)
- (72) Charles Vincent Berger, Western Spring, Illinois, USA(US)
- (74) Berggren Oy Ab
- (54) Menetelmä rikin lisäämiseksi polymeroituvia yhdisteitä sisältävän seoksen jakotislausprosessissa - Förfarande för tillsättande av svavel vid en process för fraktionerad destillation av en blandning innehållande polymeriserbara föreningar

Tämä keksintö kohdistuu menetelmään rikin lisäämiseksi polymeroituvia yhdisteitä sisältävän seoksen jakotislausprosessissa, jossa polymeroituva seos syötetään jakotislausvyöhykkeen syöttökohtaan ja jaetaan vyöhykkeessä ylävirtaukseen ja pohjavirtaukseen, ja jossa prosessissa alkuainerikkiä käytetään polymeroitumisinhibiittorina.

Alaan perehtyneet tuntevat hyvin alkuainerikin käytön sellaisen polymeroitumisen inhibitointiin, joka tapahtuu polymeroituvaa yhdistettä sisältävän seoksen jakotislauksen aikana. US-patenteissa n:ot 2 166 125 ja 2 188 772 käytetään alkuainerikkiä vinyyli-aro-maattisten hiilivetyjen polymeroitumisen inhibitoimiseen, lisättynä kiinteänä aineena, joka lopulta liukenee hiilivetyyn. US-patentissa n:o 3 222 263 alkuainerikkiä käytetään polymerointi-inhibiittorina vinyyliaromaattisen hiilivedyn tislauksessa, jossa rikki lisätään sulassa tilassa. Edelleen US-patentissa n:o 2 757 130 alkuainerikkiä käytetään polymerointi-inhibiittorina heterosyklisten typpi-yhdisteiden, kuten vinyylipyridiinityypin yhdisteen puhdistuksessa.

Kuvatuissa järjestelmissä alkuainerikin lisäys muodostaa useita käytännön toimintaongelmia. Kun käytetään rakeista, kiinteää rikkiä, ei systeemiin lisätyn rikin tarkkaa määrää voida säätää. Joh-tuen sekalaisesta hiukkaskoosta raemaisen rikin jokaisessa erässä ja

koska rikin liukenevuus voi vaihdella raaka-ainekoostuksesta ja/tai lämpötilasta riippuen, sen rikin tarkka määrä, joka on lisätty, kun inhibitoitava virtaus johdetaan rikkiä sisältävän säiliön läpi, voi vaihdella ylimäärin olevista rikkimääristä riittämättömiin rikkimääriin. Näin ollen tapahtuu ei-toivottu määrä polymeroitumista. Tyypilliset rikin lisäystavat käytettäessä kiinteän rikin lisäystä käsittävät joko syöttö- tai refluksointiseoksen saattamisen kosketukseen tietyn kolonnin kanssa, jossa on kiinteä kerros rikkiä.

Joidenkin ongelmien voittamiseksi, jotka liittyvät rikkiväkevyyden suuriin vaihteluihin, jotka taas johtuvat rikin liukenevuuden vaihteluista jossakin tislausvyöhykkeessä, on rikki lisätty tislausvyöhykkeeseen sulassa tilassa. Tämä toimintatapa on parannus kiinteätyyppiseen työskentelyyn nähden, sillä ennaltamäärätyn nestemäisen rikkimäärän lisääminen on paljon helpompi aikaansaada kuin ennaltamäärätyn rikkimäärän lisääminen liuottamalla kiinteää rikkiä tiettyyn virtaukseen. Kuitenkaan tämä toimintatapa ei ole vailla omia toimintavaikeuksia. Esimerkiksi tyypillisessä tislausvyöhykkeessä, jossa jakotislataan styreeniä, tuore syöttö on n. $24-52^{\circ}\text{C}$:n lämpötilassa. Tässä lämpötilassa rikin liukenevuus on alhainen ja sula rikki, joka ei liukene, voi muuttua kiinteäksi, joko asianomaisessa lisäysjärjestelmässä tai sakkana tislausjärjestelmässä, estäen nesteen virtausta järjestelmässä käytetyn täytteen tai pohjan läpi. Joidenkin näiden saostumis- ja uudelleenkiteytymisvaikeuksien voittamiseksi alalla vedetään osa kolonniin menevästä tuoreesta syötöstä erilleen ja kuumennetaan se korkeampaan lämpötilaan ennenkuin sula rikki sekoitetaan siihen. Saatu seos sekoitetaan tuoreeseen syöttöön ja johdetaan sitten tislausjärjestelmään.

Tämä lisäysjärjestelmä, jota kuvataan US-patentissa n:o 3 222 263 vaatii nestevirtauksen kuumentamisen n. $38-121^{\circ}\text{C}$:n lämpötilaan ja vaatii täten suhteellisen korkeata lämmönvaihtimen pintalämpötilaa (so. 121°C) seoksen kuumentamiseksi tehokkaasti ilman, että tarvittaisiin suurta lämmönvaihdinpintaa. Nestevirtauksen kuumentaminen lähelle lämmönvaihtimen pintalämpötilaa ei ainoastaan suurena lämmönvaihtimen pintaa vaan lisää myös viipymäaika lämmönvaihtimessa. Edelleen tässä patentissa kuvattu menetelmä tekee mahdolliseksi käyttää sekoitussäiliötä homogeenisen, väkevän rikkiliuoksen aikaansaamiseksi. Pitkä viipymisaika korotetussa lämpötilassa tässä säilytysastiassa saattaa selittää tässä patentissa mainitun poikkeuksellisen käyttäytymisen, jossa rikin määrän kasvu yli n. 0,4 paino-%:n itse asiassa aiheutti kokonaisstyreenihäviön kasvua. Tämä havainto on päinvastainen pelkän polymeroitumisen ennustetuille tuloksille, kuten kyseisen patentin kuvio 4 ilmaisee osoittaessaan jatkuvaa polymeroitumisnopeuden pienenemistä,

kun rikin väkevyys kasvaa. Koska pidentynyt aika ja kohonnut lämpötila johtavat lisäpolymeerin muodostumiseen, tämän sulan rikin lisäysjärjestelmä ei ole täysin tyydyttävä. Näin ollen, vaikka tässä järjestelmässä, jossa rikkiä sisältävä seos sekoitetaan syöttöön poisotokohdan jälkeen, on kierrätyksestä johtuen läsnä jonkin verran rikkiä kuumennuksen aikana, tapahtuu silti tarpeeton määrä polymeroitumista.

Näin ollen tämän keksinnön tarkoitus on saada aikaan järjestelmä rikin lisäämiseksi joko sulassa tai kiinteässä tilassa tislauksjärjestelmään polymeroituvaa yhdistettä sisältävän seoksen erottamiseksi lisäämättä tarpeettomasti polymeerin muodostumistaipumusta.

Keksintö koskee näin ollen menetelmää rikin lisäämiseksi polymeroituvia yhdisteitä sisältävän seoksen jakotislauksprosessissa, jossa polymeroituva seos syötetään jakotislauksvyöhykkeen syöttökohtaan ja jaetaan vyöhykkeessä ylävirtaukseen ja pohjavirtaukseen, ja jossa prosessissa alkuainerikkiä käytetään polymeroitumisinhibiittorina, ja keksinnön mukainen menetelmä on tunnettu siitä, että

- (a) sekoitetaan rikkiä osaan pohjavirtauksesta lisättyä rikkiä sisältävän pohjavirtauksen aikaansaamiseksi, ja
- (b) johdetaan rikkiä sisältävä pohjavirtaus vaiheesta (a) jakotislauksvyöhykkeen syöttökohtaan. Keksinnön eräs edullinen sovellutusmuoto on tunnettu siitä, että rikki on sulaa rikkiä, että pohjavirtaus kuumennetaan ennen kuin siihen sekoitetaan sanottu rikki, ja että vaiheesta (a) saatu rikkiä sisältävä pohjavirtaus johdetaan jakotislauksvyöhykkeen syöttökohtaan sekoitettuna polymeroituvaan seokseen.

Keksinnön mukainen menetelmä on edullisesti sovellettavissa menetelmään rikin lisäämiseksi sellaisen polymeroituvan seoksen jakotislauksprosessiin, joka on saatu etyylibentseenin vedynpoistoyksikön poisotovirtauksesta ja jokasisältää bentseeniä, tolueenia, etyylibentseeniä, styreeniä, styreenipolymeereja ja tervoja, jossa menetelmässä rikkiä käytetään styreenin polymeroitumisen inhibitoimiseen. Keksinnön mukaista lisäysmenetelmää käytettäessä syötetään tätä polymeroituvaa seosta jakotislauksvyöhykkeeseen tuoreen syötön syöttökohdassa bentseeni-tolueeniylävirtauksen ja etyylibentseeni-styreenipohjavirtauksen aikaansaamiseksi. Osa näin saaduta pohjavirtauksesta johdetaan sivuun ja kuumennetaan ja siihen lisätään sitten sulaa rikkiä liuennutta rikkiä sisältävän pohjavirtauksen aikaansaamiseksi. Tämä lisättyä rikkiä sisältävä pohjavirtaus sekoitetaan sitten polymeroituvaan seokseen, joka johdetaan syöttönä jakotislauksvyöhykkeeseen.

Etyylibentseeni-styreenipohjavirtaus johdetaan edullisesti sivuun tislauksvyöhykkeestä lämpötilassa välillä n.

93-113°C ja se kuumennetaan lämpötilaan välille n. 121-149°C. Mieluummin n. 1-10% styreeni-etyylibentseenipohjavirtauksesta, joka alunperin poistettiin pohjavirtauksena jakotislaukseyhykkeestä, johdetaan sivuun ja kierrätetään takaisin tislaukseyhykkeeseen rikin lisäyksen jälkeen.

Muut tarkoitukset, suoritustavat ja edellä olevien suoritus-
tapojen yksityiskohtaisempi kuvaus löytyvät seuraavasta tämän keksin-
nön yksityiskohtaisemmasta kuvauksesta.

Tämän keksinnön rikkilisäyssysteemiä voidaan käyttää milloin
vain alkuaainerikkiä käytetään polymeroitumisinhibiittorina ja polyme-
roituva yhdistettä jakotislataan. Esimerkkejä jakotislaukseyjärjestel-
mistä, joissa rikkiä käytetään polymeroitumisinhibiittoreina ja joissa
tämän keksinnön parannetulle lisäysjärjestelmälle löytyy käyttöä, on
polymeroituvien vinyyliaromaattisten hiilivetyjen, kuten styreenin,
4-klooristyreenin, 4-etyylistyreenin, metyylietyylistyreenin, etyyli-
vinyylibentseenin, divinyylibentseenin, vinyylinaftaleenin jne. erot-
taminen jakotislauksella. Samoin tämä keksintö on sovellettavissa he-
terosyklisten typpiyhdisteiden, kuten 2-metyyli-5-vinyylipyridiinin
jne. tislaukseen.

Kuitenkin tälle keksinnölle löytyy erityisesti käyttöä jako-
tislaukseyjärjestelmissä, joissa on läsnä styreeniä ja varsinkin sellai-
sen styreeniä sisältävän seoksen jakotislauksessa, joka saadaan etyy-
libentseenin vedenpoistoyksikön poistovirtauksesta. Tyypillisessä
styreenin talteenottojärjestelmässä normaalisti nesteinä oleva hiili-
vetyosa etyylibentseenin vedynpoistoyksikön poistovirtauksesta, joka
sisältää bentseeniä, tolueenia, etyylibentseeniä, styreeniä, styree-
nipolymeereja ja tervoja, erotetaan kolmen kolonnin jakotislauksar-
jalla rikin läsnäollessa. Ensimmäisessä kolonnissa C₇-jae (so. pää-
asiassa bentseeniä ja tolueenia eikä C₈-hiilivetyjä) poistetaan yl-
häältä ja C₈-jae, pääasiassa etyylibentseeniä ja styreeniä (so. 90
paino-%) otetaan talteen pohjavirtauksena. Tämä C₈-pohjavirtaus jako-
tislataan toisessa jakotislaukolonnissa etyylibentseeniylävirtauksen
aikaansaamiseksi, joka on etupäässä etyylibentseeniä (so. alle 45
styreeniä), ja epäpuhtaan styreenipohjavirtauksen tuottamiseksi, joka
sisältää styreeniä, polymeereja, tervoja ja rikkiä. Tämä epäpuhtas
styreenipohjavirtaus jakotislataan edelleen kolmannessa jakotislau-
kolonnissa puhtaasta styreenituotteesta koostuvan ylävirtauksen ja
jännösvirtauksen tuottamiseksi, joka sisältää polymeereja, tervoja,
rikkiä jne.

Kuten esitettiin parannettu rikinlisäysjärjestelmä käsittää
rikin sekoittamisen osaan pohjavirtauksesta, joka on saatu aikaan

polymeroituvaan yhdistettävä sisältävän seoksen jakotislauksella, jossa alalla hyväksytään rikin käyttö polymeroitumisinhibiittorina. Näin ol-
len rikkiä voidaan lisätä tämän keksinnön mukaisesti mihin tahansa
kolmen kolonnin sarjasta, jota kuvattiin styreenin talteenottamiseksi
etyylibentseenin vedynpoistoreaktorin poistovirtauksesta. Kuitenkin
rikki lisätään mieluummin tämän keksinnön menetelmällä sarjan ensim-
mäiseen tislaukskolonniin.

Rikki voidaan lisätä joko kiinteänä aineena johtamalla osa poh-
javirtauksesta kiinteän rikkikerroksen yli tai mieluummin sekoittamal-
la sulaa rikkiä pohjavirtaukseen. Saatu pohjavirtaus, joka sisältää
juuri lisätyn rikin, johdetaan sitten samaan kohtaan jakotislauk-
syöhykkeessä kuin kohta, johon syöttö johdetaan, jolloin rikki jakautuu
koko järjestelmään. Mieluummin pohjavirtaus sekoitetaan suoraan kolon-
niin menevään syöttöön perusteellisen rikkijakautumisen varmistamiseksi
kolonnin koko pohjaosassa, jossa korkeat lämpötilat ja niihin liit-
tyvät polymeroitusongelmat ovat vallitsevia.

Kuvatussa tyypillisessä tislauksysteemissä pohjan lämpö-
tila on tavallisesti korkein lämpötila tislauksjärjestelmässä. Näin ol-
len ei ole aina tarpeen kuumentaa enempää sitä pohjan osaa, johon rik-
ki on määrätty lisätä, sillä lisättävän rikin määrä liukenee usein hel-
posti pohjaosassa, jotta se voitaisiin johtaa syöttökohtaan. Tarvi-
taanko lisälämmitystä vai ei riippuu sen pohjavirtauksen koostumuk-
sesta, lämpötilasta ja määrästä, johon rikki on määrätty lisätä ja on
helposti alaan perehtyneiden todettavissa. Näin kierrätettävän pohja-
virtauksen määrä ei saisi huomattavasti häiritä muuten normaalia tis-
lausvyöhykkeen toimintaa ja yleensä se muodostaa n. 1 - n. 10% koko-
naispohjavirtauksesta.

Ylläpidettävän tarkan rikkimäärän alaan perehtyneet tuntevat
hyvin, kuten osoittavat US-patentit n:ot 2 166 125; 2 188 772;
2 757 130 ja 3 222 263, joiden ohjeet liitetään erityisenä viitteenä
tähän selostukseen. Lisätty määrä on mieluummin alle pohjavirtauksen
kyllästystason. Sulan rikin lämpötilan tulee olla alle n. 149°C. jotta
sitä olisi helppo käsitellä. Korkeammat lämpötilat nostavat nopeasti
nestemäisen rikin viskositeettia ja ne voivat aiheuttaa polymeroitu-
mista rikkiin sisältyvän lämmön vaikutuksesta, kun sitä lisätään po-
lymeroituvaan seokseen.

Kun kyseessä on nimenomaan jakotislauksprosessi styreenin tal-
teenottamiseksi vedynpoistoreaktorin poistovirtauksesta, rikki lisä-
tään mieluummin, kuten edellä mainittiin, osaan ensimmäisen jakotis-
lauskolonnin pohjavirtauksesta. Tällaisessa erotuksessa, jossa bent-
seeni ja tolueeni poistetaan ylhäältä ja C₈-hiilivedyt poistetaan poh-

jalta, käytetään normaalipainetta alempia paineita niin, että niin alhaisia lämpötiloja kuin mahdollista voidaan käyttää polymeroitumisen estämiseksi. Tavallisesti käytetään n. 93- n. 113°C:n pohjan lämpötiloja. Tässä järjestelmässä on havaittu, että nostamalla sen pohjavirtausosan lämpötilaa, johon rikkiä on lisättävä, n. 121 - 149°C:een ja lisäämällä rikkiä n. 132°C:n lämpötilassa, saadaan aikaan tehokas toiminta. Tarkemmin sanoen n. 1 - n. 10% pohjavirtauksesta kierrätetään ja rikin määrä kolonniin menevässä kokonaissyötössä pidetään n. 0,2-1 paino-%:na. Tämä vaatii yleensä n. 20 paino-% rikkiä kierrätysvirtaukseen, mikä suositellussa n. 132°C:n lämpötilassa ei saosta rikkiä pois järjestelmän missään kohdassa.

Tämän lisäysjärjestelmän erityisetu on siinä, että kierrätettävä pohjavirtauksen osa on kuumennettava ennen rikin lisäystä. Koska pohjavirtaus on jo korotetussa lämpötilassa ja sisältää rikkiä, kun kolonnin toiminta saavuttaa tasapainon, taipumus kuumennusvaiheesta johtuvaan polymeerin muodostukseen pienenee. Edelleen, koska lämpötilaero pohjaosan ja halutun loppulämpötilan välillä on pienempi kuin lisättäessä rikkiä tuoreeseen syöttöön, vaaditaan lämmönvaihtimessa joko alempia pintalämpötiloja tai lyhyempiä viipymäaikoja. Näin ollen taipumus polymeroitumiseen heikkenee.

Tämän keksinnön sisältämää lisäysjärjestelmää voidaan parhaiten selvittää viittaamalla liitteenä olevaan kaavamaiseen piirrokseseen, joka esittää etyylibentseenin vedynpoistoa styreenin muodostamiseksi ja siihen liittyviä tuotteen talteenottolaitteita, jotka ovat tarpeen suhteellisen puhtaan styreenituotteen aikaansaamiseksi.

Esitetyn tyyppiseen kaavamaiseen piirrokseseen on välttämättä liityttävä tiettyjä rajoituksia eikä niillä ole tarkoitus rajoittaa tämän keksinnön yleisesti laajaa aluetta mihinkään tiettyihin raaka-aineisiin, virtausnopeuksiin, käyttö-olosuhteisiin, katalyytteihin jne. Sekalaiset lisälaitteet kuten venttiilit, säätimet, pumput, kompressorit, erottimet, esikuumentimet jne. on jätetty pois ja vain ne säiliöt ja putket, jotka ovat tarpeen tämän keksinnön eri suoritus-tapojen täydelliselle ja selvälle ymmärtämiselle, esitetään.

Viitaten nyt liitteenä olevaan kaavamaiseen piirrokseseen, suhteellisen puhdas etyylibentseenivirtaus tulee sisään putkea 1 pitkin ja siihen sekoitetaan jäljempänä kuvattava etyylibentseenin kierrätysvirtaus, joka tulee putkesta 2, ja saatu seos johdetaan putkea 1 pitkin höyryvedynpoistovyöhykkeeseen 3. Vedynpoistovyöhyke 3 on alaan perehtyneiden hyvin tuntemaa tyyppiä ja vyöhyke-, katalyytti- ja käyttöolosuhteet jne. eivät ole kriittisiä tämän keksinnön käytölle. Tyy-

pillisessä vedynpoistojärjestelmässä vyöhyke 3 käsittää useita vedynpoistoreaktoreita, joissa on sisäinen kuumennus kunkin reaktiososan välissä. Vyöhykkeestä 3 saadaan reaktorin tuotepoistovirta n. 593°C :n lämpötilassa, kun vedynpoistovyöhyke 3 koostuu höyryvedynpoistovyöhykkeestä. Tämä poistovirtaus, joka poistetaan putkea 4 pitkin, jäähdytetään laitteilla, jotka eivät ole näkyvissä, n. 38°C :n lämpötilaan ja johdetaan reaktorituotteiden laskeutusaltaaseen 5.

Reaktorituotteiden laskeutusaltaassa 5 reaktion poistovirtaus erottuu kaasufaasiksi, hiilivetyfaasiksi ja vesifaasiksi. Vesifaasi poistetaan putkea 6 pitkin ja kaasufaasi, joka sisältää hiilidioksidia, hiilimonoksidia, vetyä, metaania, etaania, etyleeniä jne, poistetaan putkea 7 pitkin. Saatu hiilivetyfaasi poistetaan sitten jakotislauksella tapahtuvaa jatkoerotusta varten putkea 8 pitkin ja siihen sekoitetaan jäljempänä kuvattava rikkiä sisältävä virtaus, joka tulee putkea 9 pitkin, ja johdetaan bentseeni-tolueenikolonnin 10. Tarkemmin sanoen kaupallisessa suoritusmuodossa 16900 kg/h hiilivetyä poistetaan erotusvyöhykkeestä 5 putkea 8 pitkin ja se sisältää n. 40 mooli-% etyylibentseeniä ja n. 52 mooli-% styreeniä. Yleensä kolonni 10 sisältää n. 30-50 välipohjaa ja syöttökohta on kolonnin keskiosassa.

Saatu hiilivety-rikkiseos, joka johdetaan bentseeni-tolueenikolonnin 10 keskiosaan, erotetaan C7-virtaukseksi, joka poistetaan ylhäältä putkea 11 pitkin ja joka sisältää n. 810 kg/h bentseeniä ja tolueenia, n. 11 kg/h normaalisti kaasumaisia yhdisteitä, joita ei ole poistettu putken 7 kautta, ja n. 12 kg/h vesihöyryä. Pohjalta putkea 12 pitkin poistetaan C8-seos, joka sisältää etyylibentseeniä, styreeniä, styreenipolymeereja, tervoja, ja rikkiä, jonka alkuperää kuvataan myöhemmin. Bentseeni-tolueenikolonnin 10 yläpäästä pidetään lämpötilassa ja paineessa, jotka ovat n. 38°C ja 100 mmHg absoluuttista painetta ja pohjaa lämpötilassa n. 103°C ja paineessa 210 mmHg absoluuttista painetta. Lämpötasapainoa ylläpidetään poistamalla osa pohjavirtauksesta putkea 12 pitkin ja johtamalla tämä osa esikuumentimeen 13, jolla vakio-pohjalämpötilaa 103°C ylläpidetään höyrystämällä ainakin osa pohjamateriaalista ja johtamalla saatu höyrystetty seos tislaukskolonnin alempaan osaan putkea 12 pitkin.

Toinen osa pohjavirtauksesta poistetaan putkesta 12 nopeudella n. 454 kg/h putkea 14 pitkin ja se sisältää n. 0,63 paino-% rikkiä. Tämä virtaus kuumennetaan n. 132°C :n lämpötilaan epäsuoralla lämmönvaihtolaitteella 15 ja saatu, kuumennettu seos poistetaan putkea 9 pitkin ja siihen sekoitetaan n. 101 kg/h sulaa alkuainerikkiä,

joka johdetaan rikinlisäyssiiliöstä 16 putkea 17 pitkin. Tämä rikkiä sisältävä seos johdetaan sitten putkeen 9 ja siihen sekoitetaan hiilivedyt, jotka on poistettu reaktorituotteiden laskeutusaltaasta putkea 8 pitkin. Täydellinen sekoittuminen saadaan aikaan sekoitussuulakkeella putkessa 9. Rikin lisäys esitetyllä tavalla ja kuvattuina määrinä saa aikaan 0,6 paino-%:n rikkiväkevyyden tislaukskolonniin 10 johdettuihin hiilivetyihin ja se on riittävä inhibitoimaan siinä olevan styreenin polymeroitumista.

Bentseeni-tolueenikolonnin kokonaispohjavirtaus poistetaan putkea 18 pitkin nopeudella n. 16200 kg/h ja johdetaan etyylibentseenin jakotislaukskolonniin 19, jonka yläpäättä pidetään n. 52°C:n lämpötilassa ja 35 mmHg:n absoluuttisessa paineessa ja alapäättä n. 105°C:n lämpötilassa ja 240 mmHg:n absoluuttisessa paineessa. Jakotislaukskolonnista 19 putkea 2 pitkin poistettu ylävirtaus on etyylibentseenikierrätysvirtaus, joka johdetaan vedynpoistovyöhykkeeseen 3, kuten edellä esitettiin. Pohjavirtauksena putkea 20 pitkin poistettu osa on epäpuhdas styreenivirtaus, joka sisältää styreeniä, styreenipolymeerejä, tervoja ja rikkiä.

Tämä epäpuhdas styreenivirtaus johdetaan sitten putkea 20 pitkin styreenin puhdistuskolonniin 21, jossa epäpuhdas styreeniseos erotetaan ylävirtaukseksi 22, joka sisältää suhteellisen puhdasta styreenituotetta, ja pohjavirtaukseksi 23, joka sisältää styreenipolymeerejä, tervoja ja rikkiä. Tarkemmin sanoen jakotislaukskolonnin yläpäättä pidetään n. 54°C:n lämpötilassa ja 30 mmHg:n absoluuttisessa paineessa ja pohjaa n. 99°C:n lämpötilassa ja 100 mmHg:n absoluuttisessa paineessa.

Kuten kuvattiin tuoretta alkuaainerikkiä lisätään bentseeni-tolueenikolonniin 10 lisäämällä rikkiä osaan siinä tuotetusta pohjavirtauksesta ja sekoittamalla keskenään saatu tuoretta rikkiä sisältävä seos ja tislaukskolonniin johdettu syöttövirtaus. Samaa kaaviota, vaikkei sitä olekaan kuvattu, voitaisiin käyttää etyylibentseenikolonniin 19 sekoittamalla rikkiä osaan epäpuhtaasta styreeni-pohjavirtauksesta tai samoin samaa kaaviota voitaisiin käyttää jakotislaukskolonnissa 21 sekoittamalla rikkiä polymeeri-tervajännökseen.

Patenttivaatimukset

1. Menetelmä rikin lisäämiseksi polymeroituvia yhdisteitä sisältävän seoksen jakotislausprosessissa, jossa polymeroituva seos syötetään jakotislausvyöhykkeen syöttökohtaan ja jaetaan vyöhykkeessä ylävirtaukseen ja pohjavirtaukseen ja jossa prosessissa alkuainerikkiä käytetään polymeroitumisinhibiittorina, t u n n e t t u siitä, että:
 - (a) sekoitetaan rikkiä osaan pohjavirtauksesta lisättyä rikkiä sisältävän pohjavirtauksen aikaansaamiseksi; ja
 - (b) johdetaan rikkiä sisältävä pohjavirtaus vaiheesta (a) jakotislausvyöhykkeen syöttökohtaan.
2. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että rikki on sulaa rikkiä.
3. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että pohjavirtaus kuumennetaan ennen kuin siihen sekoitetaan sanottu rikki.
4. Patenttivaatimuksen 1 mukainen menetelmä, t u n n e t t u siitä, että vaiheesta (a) saatu rikkiä sisältävä pohjavirtaus johdetaan jakotislausvyöhykkeen syöttökohtaan sekoitettuna polymeroituvaan seokseen.

Patentkrav

1. Förfarande för tillsättande av svavel vid en process för fraktionerad destillation av en blandning innehållande polymeriserbara föreningar, varvid den polymeriserbara blandningen inmatas vid inloppsstället av en fraktionerad destillations zon och uppdelas i zonen i en överström och en bottenström och vid vilken process elementärt svavel användes som polymerisationsinhibitor, k ä n n e t e c k n a t av att:
 - (a) svavel inblandas i en del av bottenströmmen för åstadkommande av en bottenström innehållande tillsatt svavel, och
 - (b) nämnda svavel innehållande bottenström ledes från steget (a) till inloppsstället i zonen för fraktionerad destillation.
2. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t av att nämnda svavel utgöres av smält svavel.
3. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t av att nämnda bottenström upphettas innan nämnda svavel inblandas däri.
4. Förfarande enligt patentkravet 1, k ä n n e t e c k n a t av att den från steget (a) erhållna svavel innehållande bottenströmmen ledes till zonens för fraktionerad destillation inloppsställe i blandning med den polymeriserbara blandningen.

Viitejulkaisuja-Anförda publikationer

Patenttijulkaisuja:-Patentskrifter: USA(US) 2 757 130 (202-52), 3 476 656 (B01 d 3/34)

