



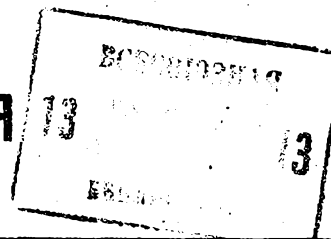
СОЮЗ СОВЕТСКИХ
СОЦИАЛИСТИЧЕСКИХ
РЕСПУБЛИК

(19) **SU** (11) **1118288** **A**

3(51) С 07 D 301/32; С 07 D 303/04

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ КОМИТЕТ СССР
ПО ДЕЛАМ ИЗОБРЕТЕНИЙ И ОТКРЫТИЙ

ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ



- (21) 2843822/3358561/23-04
(22) 24.11.81
(23) 19.11.79
(31) P2850254.7
(32) 20.11.78
(33) ФРГ
(46) 07.10.84. Бюл. № 37
(72) Винфрид Бестермеллер, Георг Бем, Ганс-Юрген Эберих, Ганс-Гроссе-Вортманн, Рудольф Гинц, Ганс-Кристиан Куттер, Франц Лангхайм, Клаус Раух, Хорст Юбершаэр и Эрвин Вангермайн (ФРГ)
(71) Хемеше Верке Хюльс, АГ (ФРГ)
(53) 547.707.07(088.8)
(56) 1. Encyclopedia of chemical technology, New York, v. 9, p. 445, 452.
2. Propylene oxide and ethylene oxide, Report 2c, 1977 (прототип).
3. Девис Р. Air Oxidation process hazards—an Overview, Loss Prevention, v. 12, 1979, p. 103-110.

(54) (57) СПОСОБ ВЫДЕЛЕНИЯ ОКИСИ ЭТИЛЕНА ИЗ СМЕСИ С АЦЕТАЛЬДЕГИДОМ, ФОРМАЛЬДЕГИДОМ И ВОДОЙ ПУТЕМ ПЕРЕГОНКИ ИСХОДНОЙ СМЕСИ, ОТВОДА ПОЛУЧАЕМЫХ КУБОВОГО ПРОДУКТА И ДИСТИЛЛЯТА, КОНДЕНСАЦИИ ДИСТИЛЛЯТА И РЕЦИРКУЛЯЦИИ КОНДЕНСАТА НА ПЕРЕГОНКУ, ОТЛИЧАЮЩИЙСЯ ТЕМ, ЧТО, С ЦЕЛЬЮ ПОВЫШЕНИЯ НАДЕЖНОСТИ И БЕЗОПАСНОСТИ ПРОЦЕССА, ИСХОДНУЮ СМЕСЬ, ДИСТИЛЛЯТ, КУБОВЫЙ ПРОДУКТ И РЕЦИРКУЛИРУЕМЫЙ КОНДЕНСАТ ПРОПУСКАЮТ ЧЕРЕЗ СЛОЙ НАСАДКИ С УДЕЛЬНОЙ ПОВЕРХНОСТЬЮ 250-700 м²/м³ И ВЫСОТОЙ, РАВНОЙ 0,3-10-кратному диаметру перегонной колонны, и в случае нарушения эксплуатационного режима на перегонку подают инертный газ.

(19) **SU** (11) **1118288** **A**

Изобретение относится к усовершенствованному способу выделения окиси этилена из смеси с ацетальдегидом, формальдегидом и водой. Окись этилена широко используют в качестве исходного сырья для получения продуктов, которые находят применение в авто- и авиотранспорте, химической, горной промышленности.

Исходную смесь, из которой выделяют окись этилена, получают непосредственно окислением этилена кислородсодержащим газом при 230–320°С под давлением [1].

Известен способ выделения окиси этилена из смеси с ацетальдегидом, формальдегидом и водой путем перегонки исходной смеси, отвода получаемых кубового продукта и дистиллята, конденсации дистиллята и рециркуляции конденсата на перегонку [2].

Недостаток известного способа заключается в том, что существующая технология не исключает распада окиси этилена в результате нарушения эксплуатационного процесса, что может привести к взрывам и пожарам.

Известны случаи пожаров и взрывов при распаде окиси этилена [3].

Целью изобретения является повышение надежности и безопасности процесса.

Поставленная цель достигается предлагаемым способом выделения окиси этилена из смеси с ацетальдегидом, формальдегидом и водой путем перегонки исходной смеси, отвода получаемых кубового продукта и дистиллята, конденсации дистиллята и рециркуляции конденсата на перегонку, причем исходную смесь, дистиллят, кубовый продукт и рециркулируемый конденсат пропускают через слой насадки с удельной поверхностью 250–700 м²/м³ и высотой, равной 0,3–10-кратному диаметру перегонной колонны, и в случае нарушения эксплуатационного режима, на перегонку подают инертный газ.

Предлагаемые пределы удельной поверхности и высоты слоя насадки являются существенными, так как необходимое для задержки фронта пламени распадающейся паровой окиси этилена минимальное время (30 с) не достигается при использовании слоя насадки с удельной поверхностью 100 м²/м³ и высотой, равной 0,5-кратному диаметру перегонной колонны, с удельной

поверхностью 200 м²/м³ и высотой, равной 1-кратному диаметру перегонной колонны, и с удельной поверхностью 750 м²/м³ и высотой, равной 0,1-кратному диаметру перегонной колонны.

Для обеспечения своевременного установления нарушений эксплуатационного процесса и надежного предотвращения взрывоопасных ситуаций за счет подачи инертного газа эксплуатационное состояние установки для осуществления предложенного способа контролируют с помощью следующих мероприятий: вблизи каждого слоя насадки предусмотрен температурный датчик, который расположен со стороны слоя, обращенной к трубопроводу, или же температурный датчик расположен перед одним из двух слоев насадок, установленных на обоих концах трубопровода; в паровом пространстве перегонной колонны установлены датчики давления; в окружающей среде узлов, у которых могут иметь место неплотности, установлены приборы для измерения концентрации газообразной окиси этилена.

Указанные приспособления работают непрерывно и автоматически.

Как только, по крайней мере, один автоматически контролируемый параметр указывает на критический эксплуатационный режим, клапаны между сборником инертного газа и перегонной колонной открывают, в результате чего инертный газ подают на перегонку. При этом время инертизации составляет 30 с. Одновременно закрывают клапан для подачи исходной смеси и клапан для питания паром циркуляционного испарителя.

На чертеже дана схема осуществления предлагаемого способа.

Через трубопровод 1 исходную смесь, содержащую окись этилена, подают в перегонную колонну 2 с 30–80-ю тарелками 3, работающую под давлением 0,6–11 атм и при температуре 0–90°С в паровом пространстве. Высококипящий компонент в качестве кубового продукта отводят по трубопроводу 4. Восходящий пар окиси этилена отводят по трубопроводу 5 и подают его в конденсатор (не показан). Получаемый при этом конденсат собирают в емкости (не показаны). Часть получаемой жидкой окиси этилена по трубопроводу 6 рециркулируют в

верхнюю часть перегонной колонны. При необходимости подаваемый на перегонку инертный газ содержится в напорной емкости 7.

В трубопроводах 1, 4, 5 и 6 расположены слои насадок 8, которые имеют указанную характеристику. При нормальной эксплуатации по трубопроводу 4 отводят жидкость, через которую не может распространяться распад окиси этилена. Но в случае нарушения процесса жидкость может выпрессовываться из этого трубопровода и в таком случае распад окиси этилена может распространяться через этот заполненный газом трубопровод.

Если обнаруживают критический эксплуатационный режим, т.е. случай нарушения, то клапаны 9 - 11 закрывают и подачу пара в циркуляционный испаритель 12 прекращают при помощи клапана 13. Затем открывают клапаны 14 - 16 в результате чего инертный газ, например азот, подают в перегонную колонну. При этом инертный газ также поступает в конденсатор (не показан), соединенный с перегонной колонной через трубопровод 5.

Пример 1. Для выделения окиси этилена из смеси, которая содержит ацетальдегид в качестве главной примеси, используют указанную схему. Перегонная колонна имеет диаметр 2,5 м, высоту 34 м и объем 160 м³. Она снабжена 50-ю тарелками, расположенными на равномерном расстоянии друг от друга. Рабочее давление составляет 4 атм, а температура в паровом пространстве 50°С. Конденсатор, соединенный с перегонной колонной, представляет собой кожухотрубчатый теплообменник, имеющий 850 м² охлаждающей поверхности. Конденсатор имеет длину 7 м и диаметр 1,6 м. Давление в паровом пространстве составляет 4 атм. В качестве хладагента используют воду с температурой 25°С. В колонну подают 17225 кг/ч исходной смеси, содержащей 17203 кг/ч окиси этилена, 22 кг/ч ацетальдегида и следы воды и формальдегида. В колонну рециркулируют 48500 кг/ч окиси этилена, содержащей следы ацетальдегида, формальдегида и воды. Ежечасно отводят 65500 кг/ч окиси этилена в виде пара и 225 кг/ч кубового продукта, содержащего 10 вес.% ацетальдегида. В сборнике 7 ем-

костью 60 см³ содержится азот под давлением 25 атм, который в случае нарушения эксплуатационного режима подают в перегонную колонну через три клапана, которые распределены по высоте колонны. Защита от взрыва и пожара обеспечена, если содержание окиси этилена в паровом пространстве перегонной колонны составляет менее 50 об.%. Для выполнения такого условия требуется время инертизации, равное 30 с.

Все четыре слоя насадки, которые состоят из колец Паля диаметром 15 мм, выполненных из нержавеющей стали, имеют удельную поверхность 350 м²/м³ и высоту 1,5 м (соответствующую 0,6-кратному диаметру перегонной колонны). Высота емкости, в которой размещен слой насадки, составляет 2,5 м.

Пример 2. Повторяют пример с той разницей, что процесс проводят в установке, в которой размещены слои насадок со следующими характеристиками:

удельная поверхность 250 м²/м³; высота, равная 8-кратному диаметру перегонной колонны;

удельная поверхность 250 м²/м³; высота, равная 10-кратному диаметру перегонной колонны;

удельная поверхность 700 м²/м³; высота, равная 0,3-кратному диаметру перегонной колонны.

Во всех случаях установка работает надежно.

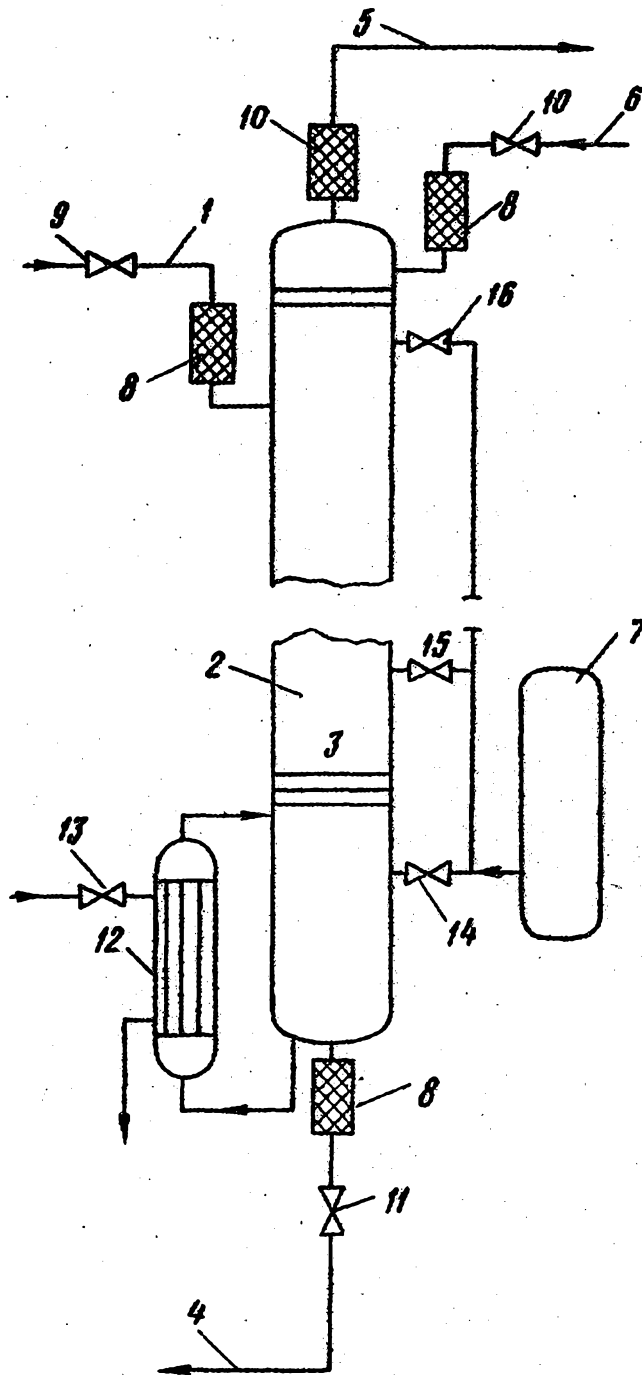
Пример 3 (сравнительный). Через трубу диаметром 15 см и длиной 5 м, в которой размещен слой насадки со следующими характеристиками:

удельная поверхность 100 м²/м³; высота, равная 0,5-кратному диаметру трубы;

удельная поверхность 200 м²/м³; высота, равная 1-кратному диаметру трубы;

удельная поверхность 750 м²/м³; высота, равная 0,1-кратному диаметру трубы, пропускают распадающуюся окись этилена. При этом измеряют время, за которое фронт пламени задерживается слоем насадки. В первом случае оно составляет 5 с, во втором - 8 с, в третьем - 16 с.

Таким образом, предлагаемый способ позволяет повысить надежность осуществления процесса за счет повышения времени задерживания фронта пламени до 30 с в то время, как по известному способу оно равно нулю.



Составитель Н. Куликова

Редактор Н. Егорова Техред М. Гергель

Корректор А. Ильин

Заказ 7290/45

Тираж 409

Подписное

ВНИИПИ Государственного комитета СССР

по делам изобретений и открытий

113035, Москва, Ж-35, Раушская наб., д. 4/5

Филиал ППП "Патент", г. Ужгород, ул. Проектная, 4