



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 07.05.1971 (P. 148005)

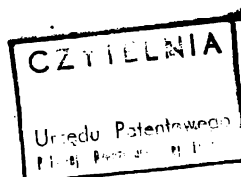
Pierwszeństwo: 08.05.1970 Niemiecka
Republika
Demokratyczna

Zgłoszenie ogłoszono: 25.04.1973

Opis patentowy opublikowano: 30.06.1975

Kl. 12o,1/04

MKP C07c 3/58



Twórcy wynalazku: Hansgeorg Böhm, Helmut Lein, Eberhard Bandtel,
Werner Waldmann, Wolfgang Grunz, Bernd-Michael
Gräfe

Uprawniony z patentu: VEB Petrolchemisches Kombinat Schwedt Kom-
binatsbetrieb „Otto Grotewohl” Böhlen, Böhlen
(Niemiecka Republika Demokratyczna)

Sposób odmetanizowania gazu obiegowego w procesach odalkilowania

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób odmetanizowania gazu obiegowego w procesach odalkilowania alkilopodstawionych węglowodorów aromatycznych, w którym mieszaninę otrzymaną w reakcji odalkilowania, składającą się głównie ze związków aromatycznych, metalu i wodoru, oziębia się i następnie w obniżonej temperaturze kontaktuje się w procesie absorpcji z cieczą i ciecz przemylającą poddaje się następnie procesowi desorpcji.

Znany jest sposób odmetanizowania obiegu gazu odalkilowania toluenu, w którym otrzymaną w reakcji odalkilowania mieszaninę gazową oziębia się i następnie poddaje się w absorberze obróbce cieczą. Absorpcję przeprowadza się pod ciśnieniem powyżej 50 ata i w temperaturze około +40°C. Podczas absorpcji zostaje również zaabsorbowana przez ciecz przemylającą znaczna część użytego przy odalkilowaniu toluenu wodoru. Po absorpcji rozpręża się ciecz przemylającą do ciśnienia około 15 ata, przy czym uwolniony przy tym gaz zostaje odprowadzony, rozprężoną ciecz myjącą doprowadza się do ciśnienia absorpcji i następnie zwraca do absorbera.

Sposób ten ma tę wadę, że gaz wyzwolony po rozprężeniu cieczy myjącej obok metanu zawiera także względnie dużą ilość wodoru. Wskutek tego z procesu zostaje odprowadzona stale duża ilość wodoru, którą trzeba zastępować dodatkowo świeżo doprowadzanym wodorem.

Wada ta ujawnia się tym silniej, im wyższe jest

2

ciśnienie cząstkowe wodoru w stosunku do ciśnienia cząstkowego metanu. Występującą przy tym stratę wodoru, związaną ze stosunkowo dużym obiegiem cieczy myjącej, można by zmniejszyć przez obniżenie ciśnienia desorpcji. Przy tym jednak wysoka zawartość związków aromatycznych w rozprężonym gazie prowadziłaby do wysokich strat lub konieczna byłaby dołączona płuczka dla związków aromatycznych z własną częścią destylacyjną.

Celem wynalazku jest usunięcie wad znanych sposobów.

Zadaniem wynalazku jest opracowanie sposobu odmetanizowania obiegu gazu w procesach odalkilowania, w którym procesy absorpcji i desorpcji byłyby przeprowadzone w taki sposób, aby, nawet przy zastosowaniu wysokiego ciśnienia cząstkowego wodoru w gazie w obiegu, zarówno zużycie wodoru jak również straty związków aromatycznych utrzymywane były na bardzo niskim poziomie.

Zadanie to rozwiązano według wynalazku w ten sposób, że proces absorpcji przeprowadza się pod ciśnieniem 40—70 ata i w temperaturze od —5°C do +15°C i ciecz myjącą rozpręża się w tej samej temperaturze w procesie desorpcji w kilku stopniach do 1—5 ata, przy czym gaz wyzwolony w poszczególnych stopniach rozprężania zostaje każdorazowo odprowadzony. Ciecz myjącą doprowadza się następnie do ciśnienia absorpcji i ponownie doprowadza do procesu absorpcji.

W zależności od stosunków ciśnienia cząstkowego wodoru i metanu w gazie w obiegu rozpręża się ciecz myjącą korzystnie trójstopniowo do około 20, 10 i 2 ata albo dwustopniowo do około 10—15 i 2—5 ata. Korzystniej stosuje się albo skondensowany produkt reakcji albo produkt wsadowy jako ciecz myjącą.

Sposób ten ma tę zaletę, że w wyniku zastosowania niskiego ciśnienia końcowego desorpcji strata wodoru i potrzebna ilość cieczy myjącej są znacznie mniejsze niż w przypadku znanych sposobów. Zastosowanie niższej temperatury przy absorpcji powoduje podwyższenie rozpuszczalności metanu i zmniejszenie rozpuszczalności wodoru w cieczy myjącej. W wyniku zastosowania oprócz tego kilkustopniowego rozprężania przy desorpcji w przeciwieństwie do znanych sposobów pomimo niskiego ciśnienia końcowego desorpcji, które daje w efekcie przedstawione wyżej korzyści, zawartość związków aromatycznych w rozprężonym gazie jest tak mała, że można zrezygnować z wydzielenia z gazu tych związków aromatycznych.

Sposób ten można stosować zarówno w procesach, w których następuje wyłącznie reakcja odalkilowania, jak też w procesach, w których odalkilowanie przebiega np. równoległe do częściowego dysproporcjonowania.

Wynalazek wyjaśniają bliżej następujące przykłady. Na załączonym rysunku przedstawiono schemat przebiegu procesu z dwustopniowym rozprężaniem środka myjącego.

Przykład I. W reaktorze 1 przeprowadza się odalkilowanie toluenu w celu uzyskania benzenu z toluenu. Reaktor 1 opuszcza mieszanina, składająca się zasadniczo z benzenu, toluenu, metanu i wodoru. Tę mieszaninę w stanie pary oziębia się w pierwszym wymienniku ciepła 2, przy czym benzen i toluen ulega skropleniu. Mieszanina gazu i cieczy przechodzi następnie do dolnej części absorbera 3. Tam przepływa w przeciwnym kierunku do wznoszącej się mieszaniny gazowej z głównego absorbera oziębiona w drugim wymienniku ciepła 4 do temperatury $+5^{\circ}\text{C}$ ciecz myjąca, która naładowuje się metanem i wodorem odpowiednio do ustalającej się równowagi.

Proces absorpcji przeprowadza się pod ciśnieniem 45—50 ata i w temperaturze $+5^{\circ}\text{C}$. Jako ciecz myjącą stosuje się przy tym produkt wykroplony podczas oziębiania opuszczającej reaktor mieszaniny par, który składa się zasadniczo z benzenu i toluenu. Część gazu z obiegu, która nie zostaje zaabsorbowana przez ciecz myjącą, podgrzewa się w pierwszym wymienniku ciepła 2 i zwraca ponownie do reaktora 1.

Naładowaną ciecz myjącą rozpręża się po procesie absorpcji do pierwszego zbiornika rozprężania 5, przy czym ciśnienie około 50 ata obniża się do 10 ata. Podczas tego rozprężania cieczy myjącej uchodzi część zaabsorbowanego metanu i wodoru. Wobec stosunkowo wysokiego ciśnienia 10 ata w rozprężonym gazie zawarta jest tylko bardzo mała ilość pary benzenu i toluenu. Następnie ciecz myjącą rozpręża się do drugiego zbiornika rozprężania 6, w którym panuje ciśnienie 2 ata.

Podczas tego rozprężania desorbuje dalsza ilość zaabsorbowanego metanu i wodoru ze środka myjącego. Temperatura wynosi w obu stopniach rozprężania każdorazowo $+5^{\circ}\text{C}$.

Zaletą rozprężania środka myjącego do niższego ciśnienia polega na tym, że w wyniku silniejszego odgazowania naładowanego środka myjącego może on absorbować w absorberze 3 więcej metanu, niż wówczas gdyby został on rozprężony do wyższego ciśnienia. Dlatego w tym sposobie można stosować znacznie mniejszą ilość cieczy myjącej niż w sposobie o wyższym ciśnieniu rozprężania. W porównaniu ze sposobem o tylko jednostopniowym rozprężaniu do ciśnienia około 2 ata sposób z dwustopniowym rozprężaniem ma tę zaletę, że straty związków aromatycznych są mniejsze o więcej niż połowę.

Strumienie gazu, opuszczające oba zbiorniki rozprężania 5, 6 oczyszcza się i odprowadza z układu przez przewód odprowadzenia gazu 7. Część opuszczającej drugi zbiornik rozprężania 6 cieczy myjącej wychodzi z obiegu cieczy przez przewód odprowadzenia cieczy 8 i zostaje następnie rozdzielona przez destylację, przy czym otrzymuje się czysty benzen. Inną część środka myjącego doprowadza się za pomocą pompy 9 do ciśnienia 45—50 ata i następnie zwraca się ponownie do absorbera 3, w którym zostaje użyta do procesu absorpcji. Przez przewód doprowadzenia gazu 10 doprowadza się do procesu stale świeży toluen i świeży wodor, które podgrzewa się w wymienniku ciepła 2 i następnie wprowadza do reaktora 1.

Przykład II. Mieszaninę otrzymaną w reakcji odalkilowania oziębia się tak samo jak w przykładzie I i doprowadza do procesu absorpcji, który przeprowadza się również pod ciśnieniem 45—50 ata. Użyty przy tym środek myjący rozpręża się w pierwszym stopniu do około 20 ata, w drugim stopniu do około 10 ata i w trzecim stopniu do około 2 ata. Wyzwolony w każdym stopniu rozprężania gaz zostaje przy tym każdorazowo odprowadzony.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób odmetanizowania gazu obiegowego w procesach odalkilowania alkilopodstawionych węglowodorów aromatycznych, niezależnie od tego, czy reakcja odalkilowania przebiega wyłącznie lub np. równoległe z inną częściową reakcją dysproporcjonowania, w którym otrzymaną w reakcji odalkilowania mieszaninę, składającą się w zasadzie ze związków aromatycznych, metanu i wodoru oziębia się w obniżonej temperaturze w procesie absorpcji pod ciśnieniem 40—70 ata kontaktuje się z cieczą myjącą, następnie poddaje się procesowi desorpcji, **znamienny tym**, że proces absorpcji i desorpcji przeprowadza się w temperaturze od -5°C do $+15^{\circ}\text{C}$, ciecz myjącą w procesie desorpcji rozpręża się w kilku, korzystnie trzech, stopniach do około 1—5 ata, uwolniony w poszczególnych stopniach rozprężania gaz odprowadza się każdorazowo, następnie ciecz myjącą doprowadza się do ciśnienia absorpcji i ponownie doprowadza się do procesu absorpcji.

5

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ciecz myjąca w procesie desorpcji rozpręża się w 3 stopniach, przy czym rozpręża się w pierwszym stopniu do około 20 ata, w drugim stopniu do około 10 ata i w trzecim stopniu do około 2 ata.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że ciecz myjąca w procesie desorpcji rozpręża się w 2 stopniach, przy czym rozpręża się w pierw-

6

szym stopniu do około 10—15 ata a w drugim stopniu do około 2—5 ata.

4. Sposób według zastrz. 1—3, **znamienny tym**, że powstały przy oziębianiu mieszaniny, otrzymanej w reakcji odalkilowania, produkt kondensacji stosuje się jako ciecz myjącą.

5. Sposób według zastrz. 1—3, **znamienny tym**, że produkt wsadowy stosuje się jako ciecz myjącą.

