



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 28.06.72 (P. 156324)

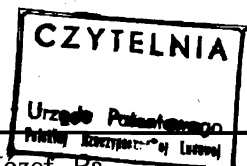
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.05.73

Opis patentowy opublikowano: 26.02.1977

MKP C07c 121/32

Int. Cl.²
C07C 121/32



Twórcy wynalazku: Andrzej Bachowski, Andrzej Tarnowski, Józef Pawlus, Bronisław Musiał, Mieczysław Kowalski, Stanisław Wachowicz, Stanisław Horodyski, Jan Kras

Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe im. F. Dzierżyńskiego, Tarnów (Polska)

Sposób wydzielania cyjanowodoru z gazów odlotowych przy rektyfikacji akrylonitrylu i urządzenie do stosowania tego sposobu

1
Przedmiotem wynalazku jest sposób wydzielania cyjanowodoru z gazów odlotowych przy rektyfikacji akrylonitrylu, wytwarzanego na drodze syntezy z cyjanowodoru i acetyleny.

Surowy akrylonitryl otrzymywany klasyczną metodą z cyjanowodoru i acetyleny na katalizatorze miedziowym zawiera cały szereg produktów ubocznych, jak dwuwinyloacetylen, metylowinyloketon, cyjanobutadieny, aldehyd octowy, chlorek winylu, chloropren itd. Obok nich zawiera także niezbędny ze względu na prawidłowy przebieg procesu syntezy akrylonitrylu nadmiar cyjanowodoru oraz pewne ilości nieprzereagowanego acetyleny.

Akrylonitryl, stosowany szczególnie w procesie otrzymywania włókien syntetycznych winien charakteryzować się minimalną zawartością powyższych zanieczyszczeń a w szczególności dwuwinyloacetyleny, który powoduje poważne komplikacje w procesie produkcji włókna poliakrylonitrylowego. Przy oczyszczaniu surowego akrylonitrylu metodą destylacji, ze szczytu kolumny destylacyjnej uchodzą gazy odlotowe, zawierające około 60% cyjanowodoru oraz reszty w postaci dwuwinyloacetyleny, chloru winylu, chloroprenu, acetyleny i aldehydu octowego. Celem wykorzystania znajdującego się we wspomnianych odgazach cyjanowodoru do syntezy akrylonitrylu zachodzi potrzeba jego wydzielania i oczyszczenia.

W znanych i stosowanych rozwiązaniach cyjanowódór wydziela się ze wspomnianych gazów od-

2
lotowych przez skroplenie. Uzyskane w ten sposób skropliny zawierają praktycznie całą ilość wolnego cyjanowodoru i dwuwinyloacetyleny znajdującego się w surowym akrylonitrylu.

Zawrócenie odzyskanego w powyższy sposób cyjanowodoru bezpośrednio do syntezy akrylonitrylu powoduje kumulację dwuwinyloacetyleny oraz innych zanieczyszczeń w układzie syntezy i destylacji akrylonitrylu. Otrzymany w tych warunkach akrylonitryl charakteryzuje się stosunkowo wysoką zawartością dwuwinyloacetyleny oraz innych zanieczyszczeń. Dlatego często rezygnuje się z odzysku cyjanowodoru, a gazy odpadowe z procesu rektyfikacji akrylonitrylu niszczy się przez spalanie.

W celu usunięcia wad opisanego wyżej sposobu postępowania i uzyskania odpowiednio czystego akrylonitrylu w postaci produktu końcowego, jak też zlikwidowania strat cyjanowodoru uchodzącego z gazami odpadowymi, należało zastosować sposób umożliwiający wyodrębnienie czystego cyjanowodoru z odgazów i skierowanie go do syntezy akrylonitrylu.

Stwierdzono, że cel ten można osiągnąć jeżeli gazy odlotowe z procesu rektyfikacji akrylonitrylu podda się absorpcji w środowisku wodnym do którego doprowadza się inhibitor polimeryzacji cyjanowodoru. Wskutek absorpcji następuje podgrzanie środowiska w wyniku czego odparowują zanieczyszczenia wraz ze śladami cyjanowodoru.

Pary te schładza się do temperatury 4° do 17°C, korzystnie do temperatury 14°C, na skutek czego wykrapla się cyjanowodór, który zawraca się do środowiska absorpcji a nieskroplone gazy, stanowiące zanieczyszczenia, kieruje się do atmosfery względnie do niszczenia.

Otrzymany 20%-owy roztwór cyjanowodoru kierowany jest na instalację syntezy cyjanowodoru metodą Andrusowa do układu absorpcji amoniaku z gazów posyntezyowych lub bezpośrednio do układu destylacji cyjanowodoru. W silnie kwaśnym środowisku absorpcji amoniaku oraz w układzie destylacji cyjanowodoru następuje całkowite oczyszczenie odzyskanego cyjanowodoru, co umożliwia użycie go do syntezy akrylonitrylu. Celem wykorzystania cyjanowodoru ze wspomnianego roztworu poza układem syntezy cyjanowodoru, należy ten roztwór poddać procesowi destylacji w powszechnie stosowanym układzie rektyfikacyjnym. Tak otrzymany cyjanowodór można kierować ponownie do syntezy akrylonitrylu.

Urządzenie do wykonania sposobu według wynalazku składa się z absorbera z osadzoną na nim bezpośrednio chłodnicą zwrotną, co umożliwia selektywny rozdział cyjanowodoru od pozostałych gazów reszkowych przez wykroplenie cyjanowodoru i zawrócenie go do absorbera.

Zaletą wynalazku jest utrzymanie na wymaganym poziomie czystości końcowego produktu — akrylonitrylu, dzięki stosowaniu czystego cyjanowodoru pochodzącego z odzysku, jak też poprawienie wskaźników ekonomicznych procesu.

Sposób według wynalazku wraz z urządzeniem do stosowania tego sposobu objaśnione są niżej z powołaniem się na rysunek. Gazy odlotowe z rektyfikacji akrylonitrylu, zawierające cyjanowodór, kierowane są rurociągiem 1 do absorbera 2 zaopatrzonych w chłodnicę zwrotną 3. Woda rurociągiem 4, do którego dozowany jest inhibitor polimeryzacji cyjanowodoru np. kwas fosforowy lub kwas octowy, podawane jest częściowo rurociągiem 5 bezpośrednio do rurociągu 1 gazów po rektyfikacji akrylonitrylu i częściowo rurociągiem 6 do

absorbera 2. Gazy resztowe po absorberze dostają się do chłodnicy zwrotnej, w której następuje wykroplenie cyjanowodoru. Wykroplony cyjanowodór spływa do absorbera 2, gdzie miesza się z obecnym tam wodnym roztworem cyjanowodoru. Gazy resztowe po chłodnicy zwrotnej o temperaturze 14°C kierowane są do atmosfery lub spalania. Jako czynnik chłodzący w chłodnicy zwrotnej stosuje się najkorzystniej wodny roztwór chlorku wapnia o temperaturze od -10 do 0°C.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wydzielania cyjanowodoru z gazów odlotowych przy rektyfikacji akrylonitrylu, **znamienny tym**, że gazy odlotowe z procesu rektyfikacji akrylonitrylu poddaje się absorpcji w środowisku wodnym, do którego doprowadza się inhibitor polimeryzacji cyjanowodoru, przy czym wskutek absorpcji następuje podgrzanie środowiska, w wyniku czego odparowują zanieczyszczenia wraz ze śladami cyjanowodoru, które to pary schładza się do temperatury w granicach 4 do 17°C, korzystnie do temperatury 14°C, wskutek czego wykrapla się cyjanowodór, który zawraca do środowiska absorpcji a nieskroplone gazy, stanowiące zanieczyszczenie, kieruje się do atmosfery względnie do niszczenia.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wydzielony cyjanowodór zawierający jeszcze śladowe ilości zanieczyszczeń pochodzących z gazów odlotowych, celem wykorzystania go do produkcji akrylonitrylu z cyjanowodoru i acetyleny, kieruje się do rektyfikacji prowadzonej według znanego sposobu lub poprzez znany układ absorpcji amoniaku, w procesie syntezy cyjanowodoru.

3. Urządzenie do wydzielania cyjanowodoru z gazów odlotowych przy rektyfikacji akrylonitrylu, **znamienny tym**, że absorber (2) posiada u góry stanowiącą z nim całość chłodnicę zwrotną (3), która służy do wykraplania cyjanowodoru z uchodzących z absorbera gazów reszkowych i zwracania skroplonego cyjanowodoru do absorbera.

