



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENIU

229 772

(11)

(B1)

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 20 08 82

(21) PV 6098-82

(51) Int. Cl. C 07 C 49/08

(40) Zverejnené 24 06 83

(45) Vydané 01 05 86

(75)

Autor vynálezu

VANKO MILAN ing. CSc., PRIEVIDZA,
BOBOK JÁN ing., NOVÁKY,
KOMORA LADISLAV ing. CSc., PRIEVIDZA,
KOVÁČ PAVEL ing.,

KIAPeŠ MIROSLAV ing., HNÚŠŤA,
KORDÍK JOZEF,
DOBIÁŠOVÁ HELENA ing., PRIEVIDZA

(54) ¹Sposob a zariadenie na čistenie technického acetónu

Vynález rieši spôsob čistenia technického acetónu, najmä spôsob jeho hlbokého odvodnenia ako aj vhodné zariadenie na uskutočnenie tohto spôsobu.

Čistý acetón sa obvykle pripravuje rektifikáciou, a to periodickou alebo častejšie kontinuálnou. Rektifikačné čistenie je obvykle dostačujúce pre bežné aplikácie acetónu vo výrobe farieb a lakov a bežných čistiacich prostriedkov. Pre tieto účely je vhodný aj technický acetón, ktorý obsahuje zvyšky alkoholov, aldehydov, kyselín a esterov a obyčajne obsahuje aj vodu v množstve 0,5 až 1,0 % hmot. Obsah týchto látok a vody závisí od spôsobu výroby acetónu a od technickej úrovne používanej technológie syntézy a spôsobu predchádzajúceho čistenia acetónu. Tento acetón sa však nehodí napr. pre sprayové aplikácie farieb a lakov, ktoré sa v poslednej dobe neustále rozširujú, lebo sú podstatne efektívnejšie ako staršie spôsoby aplikácie. Na tieto účely sa dnes vyžaduje acetón, ktorý neobsahuje viac ako 0,2 % hmot. vody a v niektorých prípadoch sú nároky na čistotu ešte prísnejšie a požaduje sa acetón, ktorý neobsahuje viac ako 0,1 % hmot. vody.

Príprava acetónu s požadovaným veľmi nízkym obsahom vody rektifikačnou cestou vyžaduje osobitný postup, účinné technologické zariadenie a obvykle neprebíha

bez problémov. Vtedy sa používa viacnásobná rektifikácia či už periodická alebo kontinuálna, čo však veľmi zhoršuje ekonomické parametre výroby.

Ťažkosti s hlbokým odvodňovaním acetónu pravdepodobne súvisia s odlišným chovaním sa binárnej zmesi acetón - voda v oblasti veľmi nízkych koncentrácií vody v porovnaní s rovnovážnymi vlastnosťami tejto zmesi, obsahujúcej viac ako 1,5 % hmot. vody. Poukazuje na to aj tá skutočnosť, že namerané staršie i novšie rovnovážne údaje pre binárnu zmes acetón - voda, publikované v dostupnej literatúre [Othmer: IEC 44, 1872, (1952); Hirata M., Ohe S., Nagahama K.: Vapor Liquid Equilibria, Tokyo (1975); Holmes M. J., van Winkle M.: IEC, 62 (1), 21, (1970)], majú práve v oblasti nízkych koncentrácií vody veľké odchýlky a experimentálne údaje pre oblasť pod 0,5 % hmot. vody sa vôbec nevyskytujú, takže v tejto oblasti sa pri navrhovaní rektifikácie počíta s extrapolovanou rovnovážnou krivkou. Zrejme z toho vyplývajúce ťažkosti sa potom prakticky prejavujú tak, že potrebné odvodnenie acetónu sa nedosiahne aj napriek tomu, že sa používa vysoký refluxný pomer. Viacnásobnou rektifikáciou sa síce dosiahne požadovaná čistota acetónu, ale ako sme už vyššie uviedli, je to neekonomické, lebo sa znižuje výrobnosť zariadenia a neúnosne sa zvyšuje spotreba energie, najmä pary.

Zjavným problémom pri tejto rektifikácii je, ako dosiahnuť primeranú účinnosť rektifikačných etáží, a to hlavne tých etáží, na ktorých má prebiehať rektifikačné delenie acetónu a vody v oblasti veľmi nízkych koncentrácií vody, a to už v oblasti pod 0,7 % hmot., ale najmä v oblasti 0,45 % hmot. až 0,05 % hmot. vody, pretože podľa nášho zistenia je účinnosť etáží v rôznych častiach kolóny veľmi rozdielna.

Pre čistenie acetónu a jeho odvodnenie sa obyčajne používajú rektifikačné kolóny, vybavené klobúčkovými etážami. Klobúčkové etáže majú tú výhodu, že pracujú spoľahlivo a s veľmi dobrou, prakticky nemennou účinnosťou v širokom rozmedzí parného i kvapalinového zaťaženia kolóny. Preto aj napriek tomu, že sú najdrahšou výplňou rektifikačných kolón, používajú sa aj naďalej, hlavne tam, kde môže dochádzať k premenlivému zaťaženiu kolóny a tam, kde sa jedná o extrémne pomery v prietokoch kvapaliny a pary etážami kolóny (Billet R.: Průmyslová destilace, s. 328, Praha 1979). To značí, že z tohto hľadiska sú klobúčkové etáže vyhovujúce pre rektifikačné čistenie acetónu. Primeraná účinnosť týchto etáží sa však v mnohých prípadoch dosiahne nekonvečnými úpravami klobúčkov alebo iných častí etáží. Takéto úpravy sú väčšinou špecifické pre daný rektifikačný proces, takže sa nedajú zovšeobecniť a nedajú sa teoreticky alebo výpočtom odvodit'. V našom prípade špecifičnosť procesu vyplýva jednak z požiadavky na veľmi nízky obsah vody v destiláte a jednak z požiadavky na hlboké odstraňovanie všetkých nežiadúcich látok z technického acetónu.

Ťažkosti spojené s rektifikačným čistením technického acetónu, obsahujúceho rozličné aldehydy, alkoholy, kyseliny, estery a vodu v celkovom množstve od 0,6 % hmot. do 2,5 % hmot. sa odstraňujú spôsobom podľa tohto vynálezu.

Podľa tohto vynálezu sa spôsob čistenia technického acetónu obsahujúceho organické nečistoty a vodu oxidáciou, neutralizáciou a rektifikáciou uskutočňuje tak, že technický acetón sa privádza do vrúceho acetónu v množstve 5 až 20 násobne prevyšujúceho hodinový objemový prítok privádzaného technického acetónu, pričom oxidačné a neutralizačné činidlo sa dávkuje do kvapalnej fázy, s výhodou do vrúceho acetónu v množstve zod-

povedajúcim množstvom prítomných organických oxidovateľných látok, pričom pri rektifikácii sa udržiava refluxný pomer 3 až 5,5 : 1 a roztok vyššievrúcich látok v acetóne sa odoberá po dosiahnutí ich koncentrácie nad 40 % mol., s výhodou nad 55 % mol.

Zariadenie na uskutočnenie spôsobu čistenia technického acetónu pozostáva z rektifikačnej kolóny s príslušenstvom, pričom klobúčkové etáže rektifikačnej kolóny sú opatrené jednak prepadovou priehradkou pozostávajúcou z čelnej časti prepadovej priehradky, prevýšenej o 5 až 25 % oproti bočným častiam prepadovej priehradky, pričom dĺžka čelnej časti prepadovej priehradky činí $1/5$ až $1/2,5$ celkovej dĺžky prepadovej priehradky a jednak vstupnou priehradkou, opatrenou prevýšenými usmerňovačmi vtoku kvapaliny na klobúčkovú etáž rektifikačnej kolóny, pričom s výhodou prepadová priehradka a/alebo vstupná priehradka sú aspoň sčasti zalomené smerom k prepadu, resp. k etážovému prívodu pod ostrým uhlom, s výhodou 45° .

Týmto spôsobom na popísanom zariadení sa dosiahne neočakávane vysoký stupeň odvodnenia technického acetónu a odstránenie všetkých nežiadúcich látok. Výsledným produktom je acetón vysokej kvality so širokým upotrebením v priemysle farieb a lakov, i v potravinárskom a farmaceutickom priemysle, pričom náklady na výrobu, najmä na spotrebovanú energiu, sú nižšie ako pri doteraz používaných spôsoboch. Tento výsledok je zrejme výsledkom komplexného vplyvu upraveného spôsobu rektifikácie a konštrukčných úprav zariadenia, prejavujúcich sa v neočakávanom zvýšení účinnosti etáží v oblasti veľmi nízkych koncentrácií vody a ostatných nečistôt v technickom acetóne.

Ďalej uvádzané príklady ilustrujú, ale nevymedzujú spôsob použitia vynálezu.

Príklad 1

229 772

Zariadenie na čistenie acetónu je schématicky znázornené na obr. 1. Pozostáva z rektifikačnej kolóny 1, vyvarovača 2 a vodného kondenzátora 10. Rektifikačná kolóna 1 má 22 klobúčkových etáži 2. Vyvarovač 2 je opatrený prírodným potrubím technického acetónu 11, odtahovým potrubím zbytkov 12 a parným potrubím 13. Pary čistého acetónu odchádzajú z kolóny potrubím 14 do vodného kondenzátora 10, kde z kondenzujú a po kondenzácii odchádzajú potrubím 15, rozvetveným na refluxné potrubie 16 a potrubie čistého acetónu 17. Chladiaca voda sa privádza do vodného kondenzátora vodným potrubím 18.

Na každej klobúčkovej etáži 2 je po 10 klobúčikov usporiadaných podľa obr. 3. Prívod kvapaliny na etáž z kruhového prepadu 19 je riešený cez vstupnú priehradku 6, opatrenú usmerňovačmi vtoku kvapaliny 7 siahajúcimi až po hladinu kvapaliny na etáži. Vstupná priehradka 6 je zalomená v uhle 45° , pričom čelná časť priehradky 4 predstavuje $1/3$ celkovej dĺžky priehradky. Rovnako zalomená v uhle 45° je prepádová priehradka 3. Čelná časť priehradky 4 je oproti obidvom bočným častiam priehradky 5 prevýšená o 20 %. Prevýšená čelná časť priehradky 4 predstavuje $1/3$ celkovej dĺžky prepádovej priehradky 3.

Takto upravené vstupné a prepádové priehradky slúžia na úpravu distribúcie toku kvapaliny cez etáž.

Čistenie technického acetónu sa uskutočňuje na popísanom zariadení podľa nasledujúceho postupu:

Technický acetón sa privádza kontinuálne prírodným potrubím technického acetónu 11 v množstve 300 l/h priamo do vyvarovača 2, do ktorého sa pred začatím rektifikácie prieda 3 500 l technického acetónu, 60 l desiat percentného roztoku manganistanu draselného ako oxidačného činidla a 170 kg tekutého hydroxidu sodného ako neutralizačného činidla.

Privádzaný technický acetón obsahuje 0,7 % hmot. vody a 0,2 % hmot. rôznych aldehydov, alkoholov, organických kyselín a ich esterov. Rektifikácia sa uskutočňuje pri kontinuálnom nástreku technického acetónu v uvedenom množstve, pričom sa na konštantnej hodnote udržiava rýchlosť destilácie a tým aj výška hladiny vo vyvarovači 2 pomocou regulácie prívodu pary. V priebehu rektifikácie sa kontroluje účinnosť rektifikácie analýzou destilátu, odchádzajúceho ako produkt potrubím čistého acetónu 17 do zásobnej nádrže (nie je zakreslená) a podľa výsledkov analýzy sa občas pridá malé množstvo hydroxidu sodného alebo prípadne manganistanu draselného. Obsah vyššie vriacich látok vo vyvarovači 2 sa udržiava na približne konštantnej hodnote občasným odpúšťaním zvyškov cez odťahové potrubie zvyškov 12 a nasledujúcim doplnením vyvarovača 2 technickým acetónom a ekvivalentným množstvom oxidačného a neutralizačného činidla. Rektifikácia sa preruší a ukončí, keď už odchádza destilát, obsahujúci vyššie množstvo vody ako je pre daný stupeň čistenia predpísaný. V tomto prípade sa rektifikácia ukončuje, keď získaný destilát obsahuje v priemere 0,2 % hmot. vody a 0,05 % hmot. ostatných nečistôt.

Príklad 2

Jedná sa o porovnávací príklad s postupom rovnakým, ako je popísaný v príklade 1, ale na zariadení s konvenčným konštrukčným prevedením vstupnej a prepádovej priehradky podľa odporúčaných metód výpočtu a návrhu v bežnej odbornej literatúre. Výsledok rektifikačného čistenia technického acetónu je v tomto prípade podstatne horší ako v príklade 1. Získaný destilát obsahuje v priemere až 0,5 % hmot. vody a zvýši sa aj kyselosť produktu. Obsah alkoholov a aldehydov sa nemení.

Príklad 3

229 772

Technický acetón sa čistí na zariadení popísanom v príklade 1 a rovnakým postupom ako v príklade 1 až na to, že do predsadeného acetónu do vyvarovača 9 sa na-dávkuje polovičné množstvo roztoku manganistanu drasel-ného a lúhu sodného. Ostatné bilančné a technologické parametre sú rovnaké ako v príklade 1. Získaný destilát po skončení rektifikácie obsahuje 0,2 % hmot. vody, ale podstatne vyšší je obsah ostatných nežiadúcich látok, ktorý sa zvýši v priemere na 0,12 % hmot.

Príklad 4

Technický acetón sa čistí rovnakým postupom ako v príklade 1 a na tom istom zariadení, až na to, že do vyvarova-ča 9 sa predsadí 2 000 l technického acetónu a na tejto hodnote sa udržiava obsah vyvarovača počas celého rektifi-kačného chodu reguláciou rýchlosti rektifikácie. Množstvo kontinuálne privádzaného technického acetónu je 300 l/h a aj množstvo pridaného oxidačného a neutralizačného či-nidla v celom priebehu rektifikácie je rovnaké ako v príklade 1. Získaný destilát obsahuje v priemere prakticky úplne rovnaké množstvo vody 0,19 % hmot. ako v príklade 1, ale zvyšuje sa obsah aldehydov a alkoholov tak, že celko-vý obsah týchto látok včítane kyselín a esterov je v prie-mere 0,08 % hmot.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

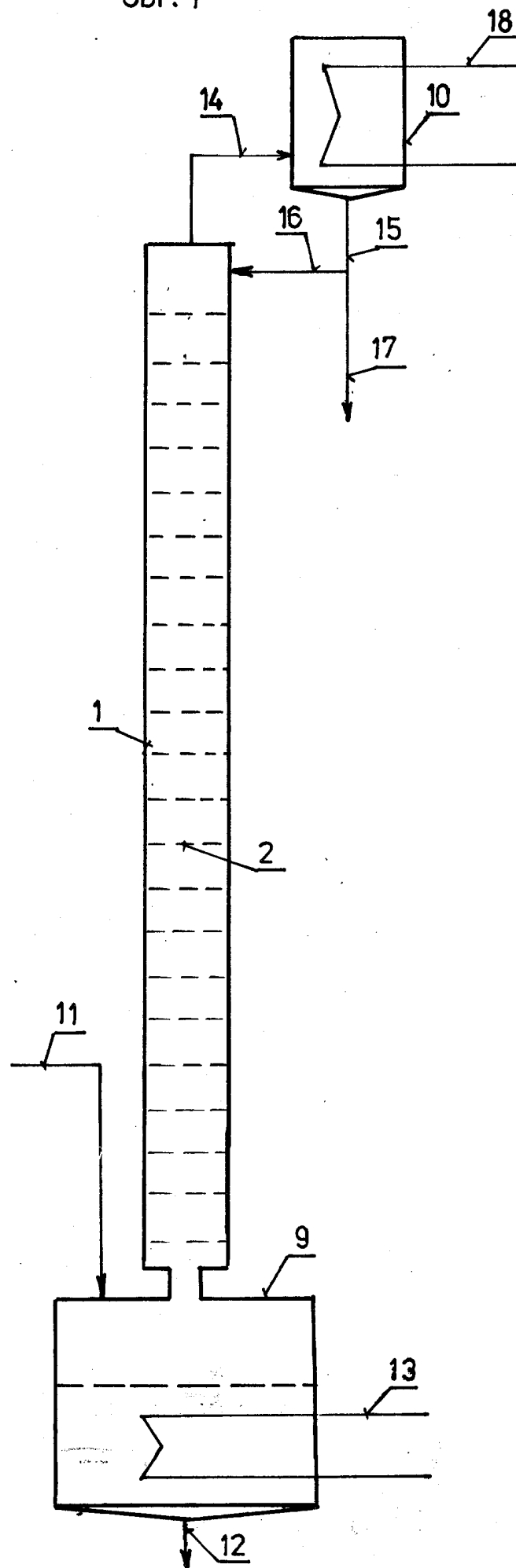
229 772

1. Spôsob čistenia technického acetónu obsahujúceho organické nečistoty a vodu oxidáciou, neutralizáciou a rektifikáciou, vyznačujúci sa tým, že technický acetón sa privádza do vrúceho acetónu v množstve 5 až 20 násobne prevyšujúceho hodinový objemový prítok privádzaného technického acetónu, pričom oxidačné a neutralizačné činidlo sa dávkuje do kvapalnej fázy, s výhodou do vrúceho acetónu v množstve zodpovedajúcom množstvu prítomných organických oxidovateľných látok, pričom pri rektifikácii sa udržiava refluxný pomer 3 až 5,5 : 1 a roztok vyššievrúcich látok v acetóne sa odoberá po dosiahnutí ich koncentrácie nad 40 % mol., s výhodou nad 55 % mol.

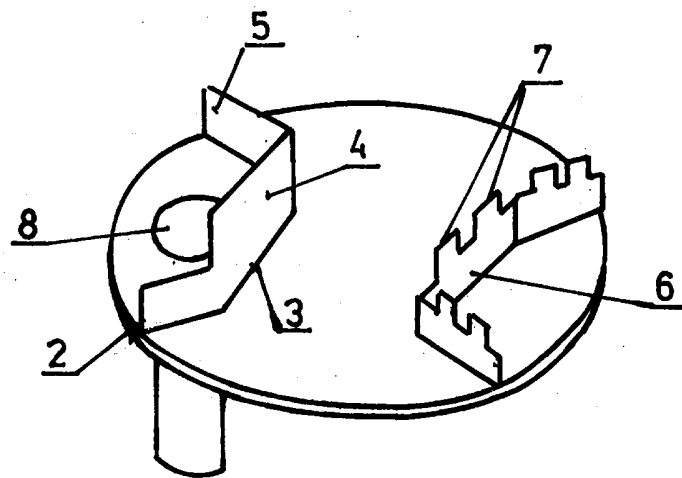
2. Zariadenie na uskutočnenie postupu podľa bodu 1, pozostávajúce z rektifikačnej kolóny s príslušenstvom, vyznačujúce sa tým, že klobúčkové etáže (2) rektifikačnej kolóny (1) sú opatrené jednak prepadovou priehradkou (3) pozostávajúcou z čelnej časti prepadovej priehradky (4), prevýšenej o 5 % až 25 % oproti bočným častiam prepadovej priehradky (5), pričom dĺžka čelnej časti prepadovej priehradky (4) činí $1/5$ až $1/2,5$ celkovej dĺžky prepadovej priehradky (3) a jednak vstupnou priehradkou (6), opatrenou prevýšenými usmerňovačmi vtoku kvapaliny (7) na klobúčkovú etáž (2) rektifikačnej kolóny (1), pričom s výhodou prepadová priehradka (3) a/alebo vstupná priehradka (6) sú aspoň sčasti zalomené smerom k prepadu (8), resp. k etážovému prívodu (19) pod ostrým uhlom, s výhodou 45° .

2 výkresy

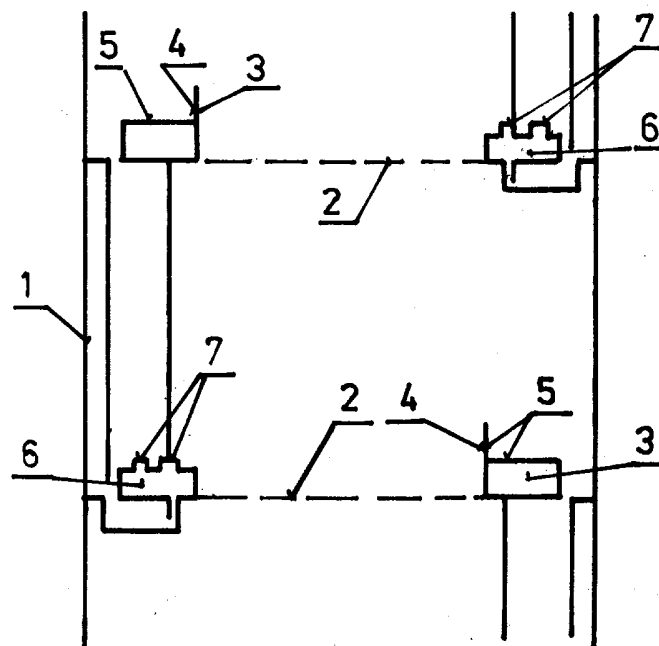
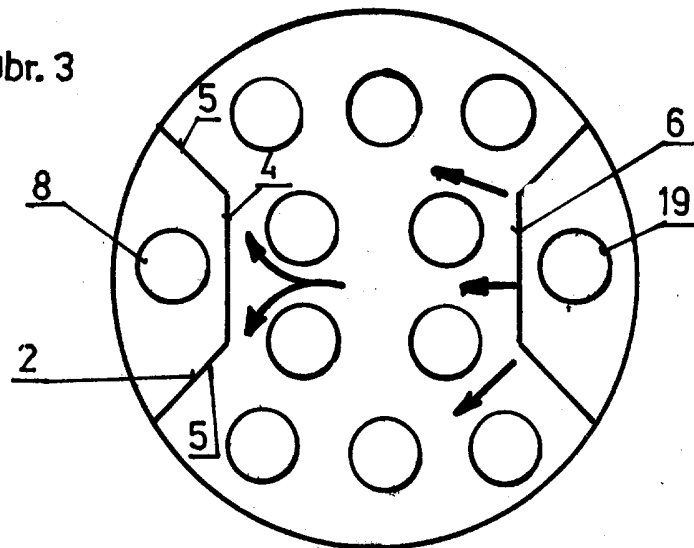
Obr. 1



Obr. 2.



Obr. 3



Obr. 4