



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 30.11.1970 (P. 145915)

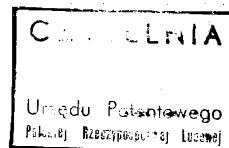
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 10.04.1973

Opis patentowy opublikowano: 15.09.1976

MKP B01d 3/14

Int. Cl.² B01D 3/14



Twórcy wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Porvair Limited Company, King's Lynn (Wielka Brytania)

Sposób odzyskiwania rozpuszczalnika organicznego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób odzyskiwania rozpuszczalnika organicznego z mieszaniny, zawierającej rozpuszczalnik, inny składnik ciekły mieszający się z tym rozpuszczalnikiem i rozpuszczalny składnik stały, a zwłaszcza sposób odzyskiwania dwupodstawionego formamidu z mieszaniny zawierającej dwupodstawiony formamid, wodę i stały składnik nieorganiczny, a mianowicie chlorek sodu.

Znany jest sposób odzyskiwania rozpuszczalnika organicznego, takiego jak dwupodstawiony formamid, mieszającego się z nim składnika ciekłego, takiego jak woda i rozpuszczalnego składnika stałego, a mianowicie chlorku sodu.

Sposób ten polega na odparowaniu pod zmniejszonym ciśnieniem mieszaniny składników ciekłych, wykrystalizowaniu składnika stałego, odsączeniu go i przemyciu stałej pozostałości metanolem, a następnie zawrócenia cieczy przemawającej ponownie do stopnia odparowania.

Znany sposób wykazuje szereg wad, gdyż jako proces technologiczny jest okresowy, skomplikowany i mało wydajny, a ponadto odzyskuje się tylko niewielkie ilości dwupodstawionego formamidu.

Celem wynalazku jest wyeliminowanie wymienionych niedogodności znanego sposobu.

Cel ten osiągnięto, wprowadzając w sposób ciągły mieszaninę zawierającą niewielką ilość dwupodstawionego formamidu, mieszający się z nim składnik ciekły, taki jak woda i rozpuszczalny składnik

2

stały, taki jak chlorek sodu, do aparatu wyparnego, z którego lekką frakcję przesyła się do rektyfikacji podczas gdy frakcję ciężką sący się, oddziela się stałą pozostałość, a przesącz zawraca się do aparatu wyparnego. Rektyfikat wprowadza się do aparatu destylującego, z którego otrzymuje się żądany produkt w postaci destylatu, podczas gdy część pozostałą z dolnej części aparatu w postaci pozostałości podestylacyjnej, zawraca się częściowo do aparatu wyparnego.

Przedmiot wynalazku wyjaśniono poniżej w odniesieniu do rysunków przedstawionych na fig. 1—3.

Fig. 1 przedstawia schemat instalacji do prowadzenia sposobu według wynalazku, fig. 2 przedstawia wycinek wyżej wymienionej instalacji obejmującej kolumnę destylacyjną, a fig. 3 schemat instalacji do oddzielania N,N'-dwumetyloformamidu i nielotnych domieszek oraz ewentualnie kwasu mrówkowego.

Wyjściową mieszaninę zasilającą, zawierającą dwumetyloformamid i wodny roztwór soli nieorganicznej wprowadza się za pomocą pompy 1 przewodem 2 do aparatu wyparnego 3. Aparat wyparny 3 wyposażony jest w zewnętrzny układ ogrzewczy, składający się z rurowej komory grzejnej 4 i z pompy cyrkulacyjnej 5. Rurowa komora grzejna 4 ogrzewana jest parą lub innym odpowiednim medium. Doprowadzone ciepło powoduje odparowanie co najmniej części ciekłej porcji mie-

szaniny zasilającej. Opary z aparatu wyparnego 3 wprowadza się przewodem 6 na półkę zasilającą kolumny destylacyjnej 7.

W wyniku odparowania mieszaniny w aparacie wyparnym 3, w jego dennej części wytrąca się sól, którą odprowadza się przewodem 8 w postaci zawiesiny kryształów w ługu macierzystym do urządzenia rozdzielającego 9, takiego jak wirówka lub filtr. Sól w stanie stałym, w zasadzie pozbawioną ługu macierzystego, odprowadza się z urządzenia rozdzielającego 9 przewodem 10. Przed przewodem 10 urządzenie rozdzielające 9 może być wyposażone w oddzielne urządzenie do przemywania wodą soli w stanie stałym. Ług macierzysty, oddzielony od soli w urządzeniu rozdzielającym 9 wprowadza się przewodem 11 do zbiornika 12, z którego zawraca się go za pomocą pompy 13 poprzez przewody 14 i 2 do aparatu wyparnego 3.

Opary doprowadzane z aparatu wyparnego 3 do frakcjonującej kolumny destylacyjnej 7 przechodzą ku górze tej kolumny i opuszczają jej wierzchołek przewodem 15. Pary usunięte z wierzchołka kolumny 7 doprowadza się przewodem 15 do skraplacza 16, z którego część kondensatu zawraca się przewodem 17 do głowicy kolumny 7 jako orosienie, podczas gdy pozostałą część kondensatu odprowadza się przewodem 18 do magazynowania lub do innych przeznaczeń. Kondensat płynący przewodem 18 zawiera znaczne ilości lotnych amin, obecnych w dwumetyloformamidzie, jako zanieczyszczenia.

Oroszenie, wprowadzane do głowicy kolumny, spływa ku dołowi i opuszcza kolumnę w jej dolnej części przewodem 19. Część ciekłego orosienia wpływa następnie przewodem 20 do urządzenia do ponownego odparowywania skroplonych par 21, w którym ciecz zostaje ogrzana parą lub w inny sposób, niezbędny do wydajnego funkcjonowania frakcjonującej kolumny destylacyjnej. Strumień cieczy i par z urządzenia do ponownego odparowywania skroplonych par 21 przepływa następnie przewodem 22 do dolnej części kolumny 7.

Odzyskany dwumetyloformamid, w ilości równej w przybliżeniu ilości zawartej w mieszaninie zasilającej, usuwa się przewodem 23, w miarę potrzeby za pomocą pompy 24 i wprowadza do kotła destylacyjnego 25. Ciecz w kotle destylacyjnym 25 ogrzewa się za pomocą pary lub innego odpowiedniego medium tak, aby całkowicie odparować wprowadzony do niego dwumetyloformamid. Powstałe pary przechodzą przewodem 26 do skraplacza 27. Skroplony dwumetyloformamid odprowadza się ze skraplacza 27 przewodem 28 do magazynowania.

Zanieczyszczenia i substancje o niskiej lotności, gromadzące się w kotle destylacyjnym 25 usuwa się okresowo lub ciągle przewodem 29 do zbiornika ługu macierzystego 12. W ten sposób każda substancja stała, taka jak sól, mająca tendencję do gromadzenia się w kotle destylacyjnym 25, jest usuwana z układu i częściowo zawracana do urządzenia rozdzielającego 9. Pozostała ciecz jest spuszczana z kotła destylacyjnego 25 przewodem 30. Jako urządzenie wyparne 3 stosuje się dowolny znany typ urządzenia rozdzielającego zapewniającego oddzielenie soli i nadającego się do prze-

robu roztworów soli. Pożądany produkt otrzymuje się w postaci przesącza.

Jeżeli odzyskiwany związek organiczny, otrzymany z końcowego aparatu destylacyjnego, zawiera zanieczyszczenia o mniejszej lotności, związek ten można oczyścić na drodze dalszej destylacji na kolumnie rektyfikacyjnej zgodnie ze znanymi metodami destylacji frakcyjnej. W takim przypadku, korzystnie pary z końcowego aparatu destylacyjnego poddaje się bezpośrednio na wymienioną kolumnę rektyfikacyjną w sposób uwidoczniiony na fig. 2.

Sposobem według wynalazku, zgodnie z podanym przykładem, opary z wyparki 3 (fig. 1) podaje się przewodem 6 do kolumny destylacyjnej 7. Opary przechodzą do głowicy kolumny i następnie przewodem 15 do skraplacza 16. Większą część kondensatu ze skraplacza 16 zawraca się jako odciek przewodem 17 na głowicę kolumny 7, a pozostała mniejsza część odchodzi jako wzbogacony wodny roztwór aminy. Frakcja wodna, praktycznie wolna od amin, opuszcza kolumnę 7 przewodem 201 jako frakcja boczna.

Typowe warunki procesu są następujące. Kolumna powyżej bocznego odprowadzającego przewodu 201 pracuje przy stopniu deflegmacji 159:1; woda wzbogacona w aminę, zawierająca około 1% wagowo dwumetyloaminy odchodzi ze skraplacza 16 przewodem 18 z szybkością około 200 funtów na godzinę (~ 91 kg/godz.). Szybkość odchodzenia wody zawierającej około 50 ppm dwumetyloaminy wynosi 16 000 funtów na godzinę (7260 kg/godz.). Wodę odpływającą z kolumny 7 przewodem 201 można zawrócić do procesu albo bez dalszego przerobu spuścić do kanału.

Sposobem według wynalazku, podczas destylacji na kolumnie mieszaniny ciekłych składników, zawierającej wodę, N,N'-dwumetyloformamid, nielotne zanieczyszczenia i ewentualnie kwas mrówkowy, odzyskuje się N, N'-dwumetyloformamid oraz kwas mrówkowy praktycznie wolne od nielotnych zanieczyszczeń odbierając je jako frakcję boczną, usuwając jednocześnie z kolumny pozostałość podestylacyjną w ilościach koniecznych dla uniknięcia wytrącania nielotnego materiału w kolumnie lub podłączonych do niej urządzeniach grzejnych. Pozostałość podestylacyjną przenosi się do odpowiedniego urządzenia destylacyjnego, w którym odparowuje się zawarte w niej lotne składniki i zawraca na kolumnę, korzystnie na dół kolumny, a ciekłą pozostałość zawierającą nielotny materiał usuwa się jak to pokazano na fig. 3.

Na fig. 3 (301) przedstawiono kolumnę zasilaną z wyparki 3 przewodem 302. Bardziej lotne związki zawarte w surówce przechodzą jako opary z głowicy kolumny 301 przewodem 303 do skraplacza 304. Kondensat ze skraplacza 304 dzieli się na dwie części, jedną zawraca się przewodem 305 na głowicę kolumny 301, a pozostałą drugą część odbiera przewodem 306 jako produkt szczytowy.

Otrzymywany dwumetyloformamid wprowadza się przewodem 307 jako frakcję boczną do skraplacza 308. Ciekły kondensat opuszcza skraplacz 308 przewodem 309.

Z dołem kolumny destylacyjnej 301 jest połączony reboiler 310 dostarczający niezbędnego do destylacji ciepła. Odciek zbierający się w dolnej części kolumny 301 zawraca przewodem 311 do reboilera 310. Odparowany w reboilerze 310 odciek zawraca na dół kolumny przewodem 312.

Ciecz z dołu kolumny wprowadza się w sposób ciągły przewodem 313 do pionowego kotła destylacyjnego 314. Kocioł destylacyjny 314 jest ogrzewany w dowolny znany sposób. Doprowadzona surowka ulega praktycznie całkowitemu wyparowaniu, opary zawraca się na dół kolumny 301 przewodem 315. Ciecz zawierającą nielotny materiał usuwa się z kotła destylacyjnego 314 przewodem 316, zależnie od potrzeby, okresowo lub w sposób ciągły.

Szczególnie korzystnie stosuje się połączenie wszystkich trzech istotnych cech wynalazku.

Sposób według wynalazku umożliwia otrzymywanie nadającej się do ponownego użytku frakcji dwumetyloformamidowej oraz frakcji wodnej, którą można spuścić do ścieków bez dalszego przerobu, ponadto jest procesem nieskomplikowanym,

prowadzonym w stosunkowo prostej i taniej aparaturze.

Zastrzeżenie patentowe

- 5 Sposób odzyskiwania rozpuszczalnika organicznego, zwłaszcza dwupodstawionego formamidu, z mieszaniny zawierającej rozpuszczalnik organiczny, mieszający się z tym rozpuszczalnikiem składnik ciekły, zwłaszcza wodę, i rozpuszczalny składnik stały, zwłaszcza chlorek sodu, polegający na wykrystalizowaniu składnika stałego i oddzieleniu rozpuszczalnika organicznego na drodze destylacji,
- 10 znamienny tym, że w celu zapewnienia ciągłości procesu i poprawienia jego wydajności mieszaninę wprowadza się w sposób ciągły do urządzenia wyparnego, z którego lekką frakcję przesyła się do rektyfikacji podczas gdy frakcję ciężką sączy się, oddziela stałą pozostałość a przesącz zawraca się do urządzenia wyparnego, przy czym rektyfikat
- 15 wprowadza się do aparatu destylacyjnego, w którym jako destylat oddziela się żądany produkt, a pozostałość z dna aparatu destylacyjnego zawraca się częściowo do urządzenia wyparnego.

