(19) **UA** (11) **81 841** (13) **C2**

(51)МПК

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ УКРАИНЫ

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ДЕПАРТАМЕНТ ИНТЕЛЛЕКТУАЛЬНОЙ СОБСТВЕННОСТИ

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ПАТЕНТУ УКРАИНЫ

(21), (22) Заявка: a200603861, 15.09.2004

(24) Дата начала действия патента: 11.02.2008

(30) Приоритет: 30.09.2003 US 10/674,308

(46) Дата публикации: 11.02.2008C07C 51/42
20060101CFI20070115RHUA C07C 55/14
20060101ALI20070115RHUA

(86) Заявка PCT:
PCT/US2004/030145, 20040915

(72) Изобретатель:
Сутрадхар Бхаджия Чандра, IN

(73) Патентовладелец:
ИНВИСТА ТЕКНОЛОДЖИЗ С.А.Р.Л., LU

(54) способ извлечения воды из влажной твёрдой адипивой кислоты

(57) Реферат:

Процесс сушки влажной твёрдой адипиновой кислоты с использованием минимум двух стадий сушки, когда влажную твёрдую адипиновую кислоту постепенно высушивают путём введения её в контакт на минимум двух последовательных стадиях с нереакционноспособным газом, при чём температура на первой стадии ниже, чем температура на любой из следующих стадий.

Официальный бюлетень "Промышленная собственность". Книга 1 "Изобретения, полезные модели, топографии интегральных микросхем", 2008, N 3, 11.02.2008. Государственный департамент интеллектуальной собственности Министерства образования и науки Украины.

UA 81841 C2

UA 81841 C2

(19) UA (11) 81 841 (13) C2

(51) Int. Cl.

MINISTRY OF EDUCATION AND SCIENCE OF UKRAINE

STATE DEPARTMENT OF INTELLECTUAL PROPERTY

(12) DESCRIPTION OF PATENT OF UKRAINE FOR INVENTION

(21), (22) Application: a200603861, 15.09.2004

(24) Effective date for property rights: 11.02.2008

(30) Priority: 30.09.2003 US 10/674,308

(46) Publication date: 11.02.2008 C07C 51/42
20060101CFI20070115RHUA C07C 55/14
20060101ALI20070115RHUA

(86) PCT application:
PCT/US2004/030145, 20040915

(72) Inventor:
SUTRADHAR BHAGYA CHANDRA, IN

(73) Proprietor:
INVISTA TECHNOLOGIES S.A.R.L., LU

(54) method for water extraction from wet solid adipic acid

(57) Abstract:

A process for drying of wet solid adipic acid using at least two drying stages in which moist solid adipic acid is gradually dried by contacting it in at least two subsequent stages with nonreactive gas, the temperature of the first stage is lower than the temperature in any of the subsequent stages.

Official bulletin "Industrial property". Book 1 "Inventions, utility models, topographies of integrated circuits", 2008, N 3, 11.02.2008. State Department of Intellectual Property of the Ministry of Education and Science of Ukraine.

UA 81841 C2

UA 81841 C2

(19) **UA** (11) **81 841** (13) **C2**

(51)МПК

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ ВЛАСНОСТІ

(12) ОПИС ВИНАХОДУ ДО ПАТЕНТУ УКРАЇНИ

(21), (22) Дані стосовно заявки:
a200603861, 15.09.2004

(24) Дата набуття чинності: 11.02.2008

(30) Дані стосовно пріоритету відповідно до Паризької конвенції : 30.09.2003 US 10/674,308

(46) Публікація відомостей про видачу патенту (деклараційного патенту): 11.02.2008 C07C 51/42
20060101CFI20070115RHUA C07C 55/14
20060101ALI20070115RHUA

(86) Номер та дата подання міжнародної заявки відповідно до договору PCT:
PCT/US2004/030145, 20040915

(72) Винахідник(и):
Сутрадхар Бхаджия Чандра, IN

(73) Власник(и):
ІНВІСТА ТЕКНОЛОДЖІЗ С.А.Р.Л., LU

(54) СПОСІБ ВИЛУЧЕННЯ ВОДИ З ВОЛОГОЇ ТВЕРДОЇ АДИПІНОВОЇ КИСЛОТИ

(57) Реферат:

Процес сушіння вологої твердої адипінової кислоти з використанням щонайменше двох стадій сушіння, на яких вологу тверду адипінову кислоту поступово висушують шляхом введення її в контакт на щонайменше двох послідовних стадіях з нереакційноздатним газом, причому температура на першій стадії є нижчою, ніж температура на будь-якій з наступних стадій.

UA 81841 C2

UA 81841 C2

Опис винаходу

Винахід стосується сушіння вологої адипінової кислоти, одержаної після розділення твердої та рідкої фаз суспензії зі стадії кристалізації адипінової кислоти з її водного розчину.

Адипінову кислоту промислово одержують шляхом окиснення циклогексанолу і циклогексанону концентрованою азотною кислотою. Виділення та очищення вихідного продукту здійснюють шляхом кристалізації реакційної суміші з наступним розділенням твердої та рідкої фаз. Додаткове очищення адипінової кислоти здійснюють за допомогою однієї чи більше стадій перекристалізації з водного середовища з наступним розділенням твердої та рідкої фаз. Твердий осад з блока розділення твердої та рідкої фаз після кінцевої стадії перекристалізації звичайно містить приблизно від 3 до 12 % мас. води. Цю воду видаляють на наступній стадії сушіння, на якій відбувається подача тепла для перетворення води на пару, що відокремлюється від твердої адипінової кислоти. Часто використовується газовий потік як носій тепла, що має бути передане волозі, а також як носій пари, яку треба видалити. Типово, бажаний вміст вологи в сухому продукті адипінової кислоти становить менш ніж 0,2% мас.

В твердому осаді, що має бути висушений (як описано вище) волога знаходиться в двох формах: поверхнева волога (вільна волога) і внутрішня (зв'язана) волога (включаючи вологу у вигляді включень рідини). Видалення вільної вологи є простим та швидким, але видалення зв'язаної вологи є складним і * повільним. Через це, практичні процеси сушіння звичайно використовують тривалі часи перебування і високу температуру для видалення достатньої кількості вологи, так щоб кінцевий продукт задовольняв технічним вимогам. Однак, сушіння при високій температурі приводить до утворення великої кількості дрібних частинок, гадано, внаслідок розчинення значної кількості твердої речовини з поверхні частинок у воді перед її випаровуванням. Розчинення має бути більш помітним, якщо вміст вологи у вологій адипіновій кислоті є високим (наприклад, 10-12%). Присутність так званого дрібняка (дуже дрібних частинок) негативно впливає на поведінку продукту при операціях завантажування та вивантажування Тому було б бажаним мати процес сушіння, який би давав продукт, що задовольняє вимогам до вмісту вологи без утворення надлишкової кількості дрібних частинок.

Даний винахід пропонує такий спосіб сушіння. В даному винаході, принаймні частина води або, більш конкретно, принаймні частина вільної вологи, що міститься у вологій адипіновій кислоті, видаляється випаровуванням при низькій температурі до випаровування при високій температурі решти води, що видаляється. Початкове видалення води при низькій температурі має зменшити розчинення і утворення дрібних фракцій, а сушіння · при високій температурі має видалити важковидалювану воду, що міститься у твердій речовині.

Даний винахід є способом видалення принаймні частини води з вологої твердої адипінової кислоти, одержаної шляхом розділення твердої та рідкої фаз розчину адипінової кислоти, причому волога тверда адипінова кислота включає адипінову кислоту і воду, з утворенням гарячої сухої адипінової кислоти, який включає: введення в контакт вологої твердої адипінової кислоти з газом, що не реагує з адипіновою кислотою чи водою, у послідовності стадій, починаючи з першої стадії і закінчуючи кінцевою стадією, на яких волога тверда адипінова кислота висушується на першій стадії шляхом введення в контакт вологої твердої адипінової кислоти з газом при температурі в інтервалі від 70 до 110 °С з одержанням частково висушеної твердої адипінової кислоти і, на щонайменше одній стадії після першої стадії, введення в контакт частково висушеної твердої адипінової кислоти з газом при температурі в інтервалі 100-150 °С, причому температура на першій стадії є нижчою, ніж температура будь-якої з вказаних стадій, що йдуть після зазначеної першої стадії.

Опис креслення

Креслення складаються з однієї фігури. Фігура 1 зображує блок-схему процесу, що втілює даний винахід.

На фігурі 1 представлена блок-схема, на якій зображений апарат 10, що втілює один варіант виконання даного винаходу, в якому процес сушіння включає лише дві стадії, а саме, першу стадію і кінцеву стадію.

Волога адипінова кислота (12), яка містить більш ніж 3 % мас. води, і сушильний газ (14) подаються на першу стадію сушіння (18). Сушильний газ (14) може бути повітрям, азотом чи перегрітою парою або їхніми сумішами. Можуть бути використані інші гази, за умови, що вони не реагують з адипіновою кислотою чи водою. Сушильний газ (14) може бути попередньо нагрітим. Все чи частина потрібного для сушіння тепла (16) на першій стадії може надходити через теплообмінні поверхні. Для нагрівання можуть бути також використані радіочастотна (РЧ) чи мікрохвильова енергія.

Перішу стадію проводять у посудині чи частині посудини, у якій вологу адипінову кислоту вводять в контакт із сушильним газом для проведення попереднього сушіння. На першій стадії може бути використана обертова сушарка (наприклад, барабанна сушарка), шарова сушарка (наприклад, шарова турбосушарка) або сушарка з псевдозрідженим шаром. Температура газу, що контактує з твердою речовиною на першій стадії, може находитися в інтервалі значень від 70 до 110 °С, краще, в інтервалі від 90 до 110 °С. Перша стадія може бути окремим блоком чи численними послідовно розташованими блоками, і температура газу, що контактує з твердою речовиною, може змінюватися на першій стадії. Загальний час перебування (час сушіння) на першій стадії може находитися в інтервалі від 5 до 120 хвилин. Після першої стадії одержують частково висушену вологу тверду адипінову кислоту після попереднього сушіння (20), яка містить менш ніж 3 % мас. води, краще, менш ніж 1 % мас. води.

Адипінову кислоту після попереднього сушіння (20), одержану з першої стадії, та сушильний газ (24) подають на кінцеву стадію (28). Сушильний газ (24) може бути повітрям, азотом, перегрітою парою, або сумішшю щонайменше двох з цих газів Сушильний газ (24) може бути попередньо нагрітим. Все чи частина тепла (26),

UA 81841 C2

потрібного для сушіння на кінцевій стадії, може надходити через теплообмінні поверхні. Для нагрівання може використовуватися радіочастотна (РЧ) чи мікрохвильова енергія. ycfouAgkbjy

Кінцеву стадію сушіння (28) проводять у посудини чи частині посудини, у якій частково висушену адипінову кислоту вводять в контакт із сушильним газом для одержання гарячої сухої адипінової кислоти, яка містить, краще, менш ніж 0,2 % мас. води. Обертова сушарка (наприклад, барабанна сушарка), шарова сушарка (наприклад, шарова турбосушарка) або сушарка з псевдозрідженим шаром можуть бути використані на кінцевій стадії. Температура газу, що контактує з твердою речовиною на кінцевій стадії, находиться в інтервалі значень від 100 до 150 °С. Кінцева стадія може бути окремим блоком чи численними послідовно розташованими блоками, і температура суміші газ-тверда речовина може змінюватися на кінцевій стадії'. Загальний час перебування (час сушіння) на кінцевій стадії находиться в інтервалі значень від 5 до 120 хвилин.

Кінцева стадія продукує гарячу суху адипінову кислоту (30). Першу стадію і кінцеву стадію можуть проводити в окремих посудинах або у окремих відсіках однієї посудини. Температура на першій стадії (18) повинна бути менше температури на будь-якій наступній стадії, включаючи кінцеву стадію.

На першій стадії і кінцевій стадії можуть використовувати сушарки одного типу чи сушарки різних типів. В одному варіанті виконання винаходу, на першій стадії може бути використана шарова сушарка, а на кінцевій стадії може бути використана сушарка з псевдозрідженим шаром.

Висока об'ємна витрата сушильного газу буде сприятливою як для першої стадії, так і для другої стадії. Однак, об'ємна витрата повинна бути досить низькою для того, щоб запобігти надмірному винесенню твердої адипінової кислоти сушильним газом.

В одному варіанті виконання винаходу, гаряча суха адипінова кислота, що виробляється на кінцевій стадії, може охолоджуватися шляхом введення в контакт з охолодним газом і підтримання температури в інтервалі від 5 до 50°С протягом щонайменше п'яти хвилин.

Формула винаходу

1. Спосіб вилучення принаймні частини води з вологої твердої адипінової кислоти, яку одержують розділенням твердої та рідкої фаз розчину адипінової кислоти, причому волога тверда адипінова кислота містить адипінову кислоту та воду, з утворенням гарячої сухої адипінової кислоти, який включає:

введення в контакт вологої твердої адипінової кислоти з газом, що не реагує з адипіновою кислотою чи водою, на послідовних стадіях, починаючи з першої стадії і закінчуючи останньою стадією, на яких вологу тверду адипінову кислоту висушують на першій стадії шляхом введення вологої твердої адипінової кислоти в контакт з газом при температурі в інтервалі значень від 70 до 110 °С з утворенням частково висушеної твердої адипінової кислоти і щонайменше ще на одній стадії, після першої, шляхом введення частково висушеної твердої адипінової кислоти в контакт з газом при температурі в інтервалі значень від 100 до 150 °С, причому температура на першій стадії є нижчою, ніж температура на будь-якій з наступних стадій, що йдуть після першої стадії.

2. Спосіб за п. 1, який додатково включає охолодження гарячої сухої адипінової кислоти введенням її в контакт з газом, що не реагує з адипіновою кислотою чи водою, при температурі в інтервалі від 5 до 50 °С.

3. Спосіб за п. 1, в якому газ вибирають незалежно для кожної стадії з групи: повітря, азот, перегріта пара та суміш щонайменше двох з вказаних газів.

4. Спосіб за п. 1, в якому тепло підводять через теплообмінну поверхню на одній чи більше стадіях.

5. Спосіб за п. 1, в якому частково висушена тверда адипінова кислота після попереднього сушіння містить менш ніж 3 % мас. води.

6. Спосіб за п. 1, в якому частково висушена тверда адипінова кислота після попереднього сушіння містить менш ніж 1 % мас. води.

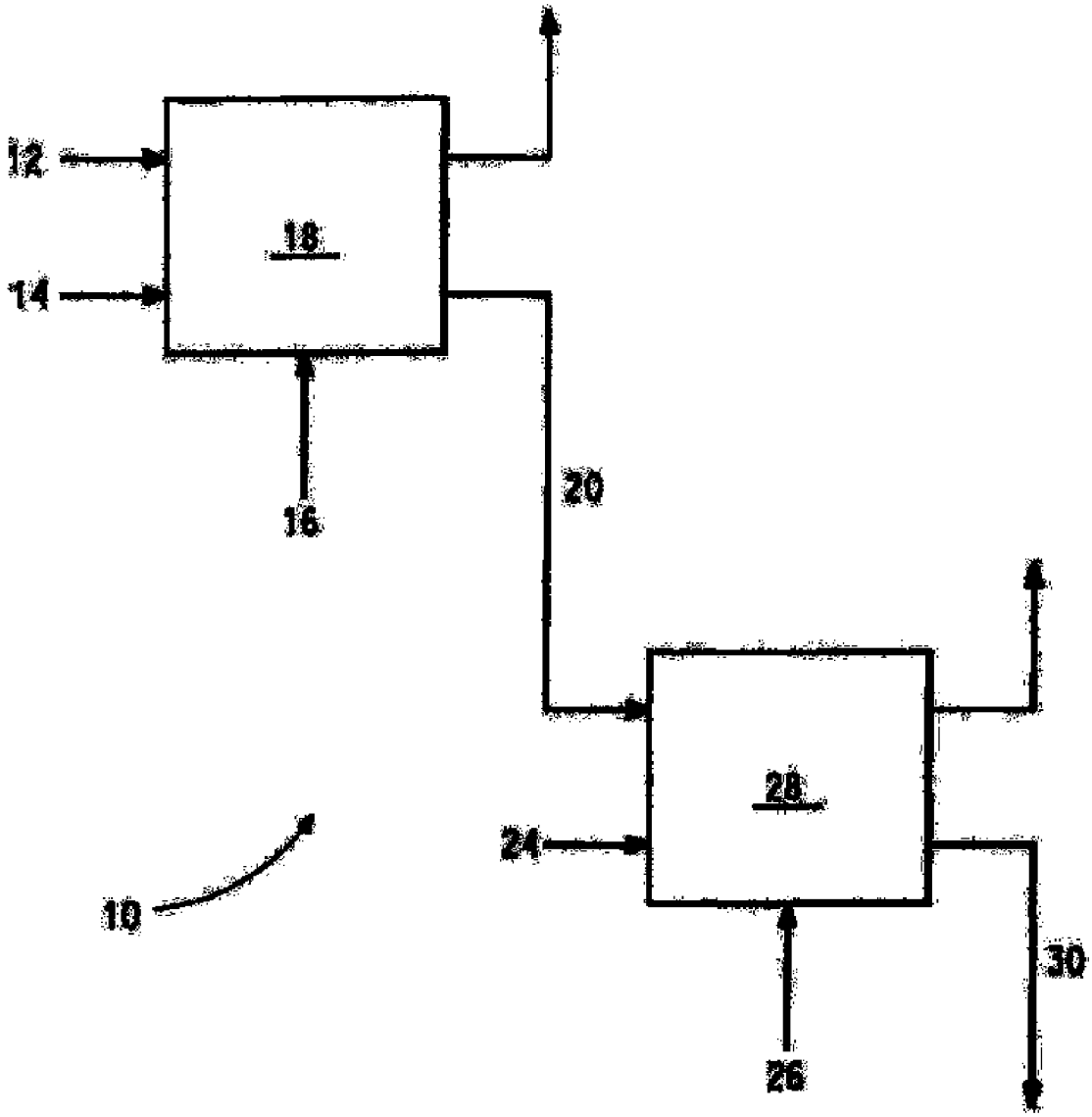
7. Спосіб за п. 2, в якому охолоджувальний газ є повітрям чи азотом.

8. Спосіб за п. 1, в якому першу стадію і кінцеву стадію виконують в окремих відсіках однієї посудини.

9. Спосіб за п. 1, в якому шарову сушарку використовують на першій стадії і сушарку з псевдозрідженим шаром використовують на кінцевій стадії.

UA 81841 C2

UA 81841 C2



ФІГ.

Офіційний бюлетень "Промислова власність". Книга 1 "Винаходи, корисні моделі, топографії інтегральних мікросхем", 2008, N 3, 11.02.2008. Державний департамент інтелектуальної власності Міністерства освіти і науки України.

UA 81841 C2