



Patent dodatkowy
do patentu nr 64 449

Zgłoszono: 20.11.74 (P. 175780)

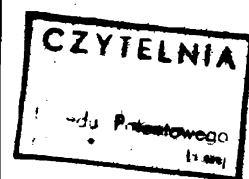
Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 22.05.76

Opis patentowy opublikowano: 31.12.1977

MKP B01j 1/00

Int. Cl.² B01J 1/00



Twórcy wynalazku: Kazimierz Balcerczak, Stanisław Ciborowski, Tadeusz Vieweger, Zbigniew Szczypiński, Andrzej Kasznia, Andrzej Krzysztoforski, Bogusław Lonak, Jan Maczuga, Konstanty Makal

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

Reaktor do selektywnego utleniania związków organicznych w fazie ciekłej gazami zawierającymi tlen

1

Przedmiotem wynalazku jest modyfikacja reaktora według patentu nr 64449 pozwalająca na prowadzenie procesów utleniania związków organicznych w fazie ciekłej gazami zawierającymi tlen w sposób bardziej selektywny.

Reaktor według patentu nr 64449 składa się z usytuowanej poziomo cylindrycznej obudowy, podzielonej wewnątrz na szereg komór, parami blisko siebie położonych pionowych przegród. Z każdej pary przegród jedna przegroda służy jako przegroda przelewowa cieczy i jest połączona szczelnie z dnem i bokami obudowy pozostawiając wolny przelot pod górną częścią obudowy, natomiast druga przegroda, służąca jako zamknięcie hydrauliczne odcinające kontakt między przestrzeniami parowymi poszczególnych komór, jest połączona szczelnie z górną częścią i bokami obudowy pozostawiając wolny przelot pod dnem obudowy.

Reaktor ten stanowi zwarte rozwiązanie konstrukcyjne umożliwiające prowadzenie w jednym aparacie reakcji w kilku stopniach. Podział reaktora na szereg komór, parami położonych blisko siebie przegród, do których to komór zawierających utlenioną ciecz wprowadzany jest za pomocą bełkotki gaz zawierający tlen zapewnia uzyskiwanie w poszczególnych komorach mieszanin reakcyjnych o wzrastającym stężeniu produktu, w kolejno po sobie następujących komorach.

W reaktorze tym, w odróżnieniu od reaktorów jednostopniowych, czynnik utleniający dzielony jest

2

na szereg strumieni, z których każdy kontaktuje się z mieszaniną reakcyjną o różnym stopniu utlenienia. Warunki te zapewniają selektywny przebieg procesów utleniania związków organicznych. Na ogół bowiem produkty o wyższym stopniu utlenienia powstają poprzez związki o niższym stopniu utlenienia, a nie bezpośrednio z substratu. Natomiast bardzo często cennymi i pożądanymi produktami są związki o niskim stopniu utlenienia.

Na przykład, w przypadku utleniania cykloheksanu najcenniejszymi produktami są cykloheksanol i cykloheksanon, a produktami o małej wartości są związki powstałe w wyniku dalszego utleniania wspomnianych cennych produktów, a zwłaszcza kwasy karboksylowe, hydroksykwasy i laktony. Reaktor według patentu nr 64449 między innymi dzięki podziałowi na komory zapewnia warunki, w których z cieczą reakcyjną w poszczególnych komorach o wzrastających stężeniach pożądaných produktów kontaktuje się tylko część z ogólnej ilości czynnika utleniającego wprowadzonego do reaktora. Mimo tego, że w reaktorze według patentu nr 64449 proces utleniania cykloheksanu do cykloheksanolu i cykloheksanonu przebiega ze znacznie wyższą selektywnością, niż w innych znanych typach reaktorów do utleniania węglowodorów w fazie ciekłej, to w reaktorze tym osiągnięto niższą selektywność, niż spodziewano się osiągnąć.

Okazało się, że przyczyną nie osiągnięcia oczekiwanego stopnia selektywności jest wsteczne mie-

szanie się masy reakcyjnej pomiędzy poszczególnymi komorami reaktora. Zjawisko to zmniejsza efekt, jaki uzyskuje się w wyniku zastosowania reaktora o wielu sekcjach, a to na skutek mieszania się części masy reakcyjnej z komór o wyższych stężeniach produktów utleniania z cieczą reakcyjną o niższych zawartościach produktów. W wyniku zachodzenia tego zjawiska ma miejsce obniżenie selektywności procesu utleniania cykloheksanu w stosunku do wartości jaką można uzyskać przy braku wstecznego mieszania, przy czym obniżenie to jest tym większe, im większy jest wsteczny strumień masy.

Sądzone, że najprostszym rozwiązaniem pozwalającym na wyeliminowanie tego niekorzystnego zjawiska będzie zmiana wzajemnego usytuowania przegród dzielących reaktor na komory, a mianowicie przestawienie przegrody przelewowej cieczy poza przegrodę zamykającą. Eksperymentalnie stwierdzono jednak, że przy tym rozwiązaniu następuje spiętrzenie się masy reakcyjnej w komorach, przy czym spiętrzenie to jest coraz większe w kolejno po sobie następujących komorach reaktora.

Celem zachowania jednakowych poziomów masy reakcyjnej w poszczególnych komorach, a tym samym właściwych warunków pracy komór, można komory usytuować kaskadowo względem siebie. Rozwiązanie takie ma między innymi tę wadę, że wydajność produkcyjna tak skonstruowanego reaktora liczona na jednostkę jego objętości byłaby znacznie mniejsza od reaktora o komorach usytuowanych poziomo.

Stwierdzono, że wsteczne mieszanie pomiędzy komorami reaktora można wyeliminować bez naruszania warunków dynamicznych jego pracy, tak bardzo istotnych dla przebiegu procesów utleniania węglowodorów w fazie ciekłej, przez zmodyfikowanie rozwiązania według patentu nr 64449. Istota wynalazku polega na wprowadzeniu do wnętrza reaktora oprócz dwu przegród dzielących reaktor na komory, przegrody trzeciej, która uniemożliwia przedostawanie się pęcherzy gazu i cieczy z następnej komory do poprzedniej, co pozwala na wyeliminowanie wstecznego mieszania, a tym samym znaczne podwyższenie selektywności procesu utleniania węglowodorów w fazie ciekłej, gazami zawierającymi tlen cząsteczkowy.

Przegroda dodatkowa zamocowana jest do boków obudowy oraz dolnej przegrody, poniżej poziomu, do którego sięga górna przegroda, przy czym ta dodatkowa przegroda usytuowana jest ukośnie ku górze, a równocześnie górna krawędź przegrody dodatkowej jest bardziej oddalona od przegrody dolnej, niż przegroda górna. Dzięki takiemu usytuowaniu przegrody dodatkowej powstaje między przegrodami warstwa cieczy odgazowanej eliminująca wsteczny ruch masy między poszczególnymi komorami reaktora.

Przedmiot wynalazku jest przedstawiony na przykładzie wykonania na rysunku obrazującym wzajemne usytuowanie przegród dzielących reaktor na szereg komór, na którym to rysunku fig. 1 przedstawia usytuowanie przegrody dolnej 1 poza przegrodą górną 2 oraz usytuowanie względem tych dwu przegród, dodatkowej przegrody 3, a fig. 2 przedstawia usytuowanie przegrody 1 przed przegrodą 2 i dla tego rozwiązania usytuowanie dodat-

kowej przegrody 3. Ponadto na obu fig. 1 i 2 pokazano belkotki 4 służące do doprowadzania gazu zawierającego tlen do poszczególnych komór, oraz króćce odlotowe 5 gazów opuszczających komory.

Układ przegród dzielących reaktor na komory składa się z przegrody dolnej 1 odcinającej kontakt między masą reakcyjną poszczególnych komór, przegrody górnej 2 odcinającej kontakt między przestrzeniami gazowymi poszczególnych komór reaktora i przegrody dodatkowej 3 zapewniającej odgazowanie cieczy znajdującej się między tymi dwoma pierwszymi przegrodami. Zgodnie z wzajemnym usytuowaniem przegród jak na fig. 1 masa reakcyjna z komory n-1 przelewa się przez górną krawędź przegrody dodatkowej 3, a następnie odgazowana ciecz przelewa się przez górną krawędź przegrody 1 do n-tej komory reaktora, lub zgodnie z fig. 2 masa reakcyjna z komory n-1 przelewa się przez górną krawędź przegrody 1 do przestrzeni między przegrodową, gdzie następuje jej odgazowanie, a następnie ciecz przelewa się przez górną krawędź przegrody 3 do n-tej komory reaktora.

Odgazowanie masy reakcyjnej pomiędzy przegrodami 1 i 2 jest możliwe dzięki wprowadzeniu dodatkowej przegrody 3, przy czym przegroda 3 znajduje się w zależności od wzajemnego usytuowania przegród 1 i 2, bądź przed przegrodą 1 jak na fig. 1, lub za przegrodą 1 jak na fig. 2. Ten drugi wariant wzajemnego usytuowania przegród w reaktorze pokazany na fig. 2 jest korzystniejszy ze względów dynamicznych.

W obu wariantach dolna krawędź przegrody 2 znajduje się pomiędzy przegrodami 1 i 3. Przy takim wzajemnym usytuowaniu przegród poziom cieczy odgazowanej w przestrzeni między przegrodami jest niższy od poziomów masy reakcyjnej w komorach n-1 i n. Różnica poziomów pomiędzy przegrodami zapobiega zwrotnemu przepływowi masy reakcyjnej z komory n do komory n-1.

Zastrzeżenie patentowe

Reaktor do selektywnego utleniania związków organicznych w fazie ciekłej gazami zawierającymi tlen, składający się z cylindrycznej obudowy usytuowanej poziomo i zaopatrzonej w przegrody wewnętrzne oraz belkotki służące do wprowadzania gazu do cieczy, podzielony wewnątrz na szereg komór, parami położonych blisko siebie pionowych przegród, przy czym na każdą parę przegród składa się jedna przegroda połączona szczelnie z dnem i bokami obudowy i pozostawiająca wolny przelot pod górną częścią obudowy, oraz jedna przegroda połączona szczelnie z górną częścią i bokami obudowy i pozostawiająca wolny przelot nad dnem obudowy, przy czym górna krawędź przegrody 1 znajduje się wyżej, niż dolna krawędź przegrody 2 według patentu nr 64449, **znamienny tym**, że każda para przegród zaopatrzona jest w dodatkową przegrodę 3 zamocowaną w zasadzie szczelnie do boków obudowy oraz dolnej przegrody 1 poniżej poziomu, do którego sięga górna przegroda przy czym ta dodatkowa przegroda usytuowana jest poziomo, lub, korzystniej ukośnie ku górze, a równocześnie górna krawędź przegrody 3 jest bardziej oddalona od przegrody 1, niż przegroda 2.

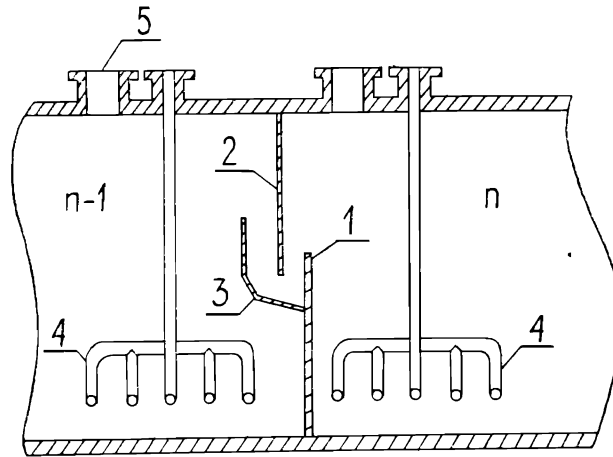


Fig. 1

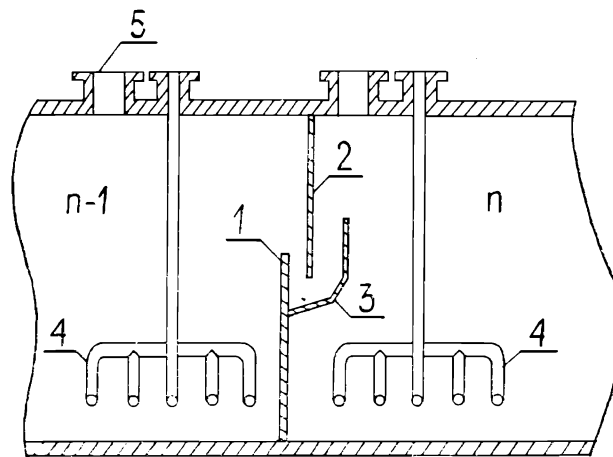


Fig. 2