



Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 13.V.1963 (P 101 571)

Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 22.II.1966

Kl. 12 g, 1/01

MKP B 01 j 1100

UKD

BIBLIOTEKA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórca wynalazku: prof. Stanisław Ciborowski

Właściciel patentu: Instytut Chemii Ogólnej, Warszawa (Polska)

**Sposób schładzania gazów poreakcyjnych
z procesów utleniania związków organicznych w fazie ciekłej
gazami zawierającymi tlen**

1

W procesach utleniania węglowodorów wskutek ich dużej lotności gazy odlotowe zawierają znaczne ilości par substratu. Na przykład przy utlenianiu cykloheksanu powietrzem lub gazami zawierającymi tlen w fazie ciekłej, prężność par substratu w temperaturze reakcji (130—180°C) jest rzędu kilku atmosfer. Duża ilość ciepła odprowadzana jest więc z reaktora w postaci entalpii par substratu. W niektórych technologiach jako czynnik utleniający stosowane jest powietrze rozcieńczone gazami obojętnymi, co pogłębia jeszcze bardziej wspomniane wyżej trudności.

Utleniając związki organiczne powietrzem stosuje się na ogół przeponowe wymienniki ciepła, w których następuje schładzanie gazów odlotowych z reaktora utleniania i częściowe wykroplenie zawartych w tych gazach par. Ciepłem tym niekiedy podgrzewana jest ciecz wchodząca do reaktora utleniania.

Wymienniki takie są bardzo duże ze względu na małe wartości współczynników przenoszenia ciepła (faza gazowa) oraz są bardzo kosztowne, gdyż są to na ogół aparaty ciśnieniowe, w większości przypadków wykonane ze stali kwasoodpornej.

Sposób będący przedmiotem wynalazku nie ma wyżej wymienionych wad i pozwala na dobre i szybkie schładzanie gazów i wykroplenie zawartych w nich par przy użyciu małego i prostego w budowie aparatu. Sposób ten polega na tym,

2

że uzyskiwane w procesie utleniania gazy poreakcyjne przepuszcza się przez skrubler, do którego górnej części wtłacza się ciecz poddawaną utlenianiu i która wraz ze skroplinami z par zawartych w gazach odlotowych zwracana jest do reaktora utleniania z dolnej części skrubera, natomiast z górnej części skrubera odprowadza się schłodzone gazy poreakcyjne. Sposób ten może być stosowany w przypadku procesów utleniania prowadzonych metodą ciągłą, pod ciśnieniem atmosferycznym lub zwiększonym.

Przykład I. W reaktorze lub baterii reaktorów prowadzi się proces utleniania cykloheksanu powietrzem lub gazami zawierającymi tlen cząsteczkowy. Ciśnienie procesu wynosi 20 atm., temperatura wynosi około 155°C. Z reaktora wychodzą gazy zawierające 6000 kg/godz. par cykloheksanu, 260 kg/godz. pary wodnej i 4300 kg/godz. azotu, dwutlenku węgla, tlenku węgla i tlenu oraz nieco innych związków. Gazy te wprowadza się do dolnej części skrubera. Do górnej części skrubera wtłacza się 50000 kg/godz. cykloheksanu poddawanego utlenianiu. Cykloheksan spływa do dolnej części skrubera, przy czym następuje bezprzeponowa wymiana ciepła: cykloheksan ogrzewa się, natomiast gazy poreakcyjne ulegają schłodzeniu i część zawartych w nich par ulega wykropleniu i spływa wraz z wprowadzonym cykloheksanem do rozdzielacza.

W rozdzielaczu rozdziela się i odprowadza warstwę wodną, natomiast podgrzany cykloheksan wchodzi do reaktora utleniania. Gazy odlotowe ze skrubera zawierają tylko paręset (na przykład dwieście) kilogramów na godzinę par cykloheksanu, zależnie od ich temperatury. Pary te usuwane są drogą adsorpcji, absorpcji lub też dalszego schładzania. Temperatura gazów odlotowych wychodzących ze skrubera zależy w dużym stopniu od temperatury wchodzącego do skrubera cykloheksanu.

W przypadku gdy cykloheksan obiegowy (wydestylowany z surowego produktu reakcji) ma temperaturę wyższą od pokojowej, celowe jest wprowadzanie do skrubera osobno cykloheksanu świeżego (o temperaturze np. 20°C), osobno cykloheksanu obiegowego (o temperaturze 40–80°C). W przypadku tym cykloheksan świeży wprowadza się na szczycie skrubera, zaś cykloheksan obiegowy odpowiednio niżej, aby uzyskać maksymalne schłodzenie gazów. W dolnej części reaktora wprowadza się powietrze i odprowadza się surowy produkt reakcji.

Przykład II. W identycznym jak w przykładzie I reaktorze lub baterii reaktorów prowadzi się proces utleniania toluenu powietrzem lub gazami zawierającymi tlen cząsteczkowy. Ciśnienie procesu wynosi około 7 atm., temperatura około 140°C. Z reaktora wychodzą pary zawierające 723 kg/godz. toluenu, 21 kg/godz. pary wodnej i 287 kg/godz. azotu, dwutlenku węgla i tlenu oraz niewielkie ilości innych związków.

Gazy te wprowadza się do dolnej części skrubera. Do górnej części skrubera doprowadza się toluen poddawany utlenianiu. Toluenu spływa do dolnej części skrubera, przy czym następuje bezprzeponowa wymiana ciepła: toluen ogrzewa się, natomiast gazy odlotowe ulegają schłodzeniu i część zawartych w nich par ulega wykropleniu i spływa wraz z wprowadzanym toluenem do separatora.

W separatorze oddziela się i odprowadza warstwę wodną, natomiast podgrzany toluen wchodzi do reaktora utleniania. Gazy odlotowe ze skrubera z niewielką zawartością toluenu poddawane są dalszemu schłodzeniu lub pary w nich zawarte usuwane są drogą adsorpcji.

Jeżeli proces utleniania prowadzi się nie w jednym reaktorze, lecz w baterii reaktorów, najracjonalniej jest kierować gazy odlotowe ze wszystkich reaktorów do jednego skrubera, w którym następuje schłodzenie tych gazów, a ciecz z rozdzielacza najlepiej jest wprowadzać do pierwszego reaktora baterii.

W szczególnych przypadkach korzystne jest każdy z reaktorów zaopatrzyć w skruber, w którym prowadzi się wymianę ciepła sposobem według wynalazku.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób schładzania gazów poreakcyjnych z procesów utleniania związków organicznych w fazie ciekłej gazami zawierającymi tlen, znamienny tym, że wychodzące z reaktora lub baterii reaktorów utleniania gazy poreakcyjne przepuszcza się przez skruber, do którego górnej części wtłacza się ciecz poddawaną utlenianiu i która wraz ze skroplinami z par zawartych w gazach poreakcyjnych spływa z dolnej części skrubera do reaktora, względnie reaktorów utleniania, natomiast z górnej części skrubera odprowadza się gazy poreakcyjne, z których wykroplona została część zawartych uprzednio w nich par związku utlenianego i produktów reakcji.
2. Sposób schładzania gazów według zastrz. 1 znamienny tym, że wychodząca ze skrubera i idąca do utleniania ciecz przechodzi przez rozdzielacz, w którym oddziela się warstwę wodną powstałą ze skroplenia zawartej w gazach poreakcyjnych pary wodnej.