

POLSKA  
RZECZPOSPOLITA  
LUDOWA



URZĄD  
PATENTOWY  
PRL

# OPIS PATENTOWY

52049

Patent dodatkowy  
do patentu \_\_\_\_\_

Zgłoszono: 23.XI.1964 (P 106 364)

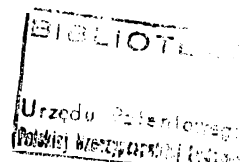
Pierwszeństwo: \_\_\_\_\_

Opublikowano: 27.IX.1966

Kl. 12 g, 1/01

MKP B 01 j 1/00

UKD



Współtwórcy wynalazku: Stanisław Ropuszyński, Stanisław Bogdał  
Właściciel patentu: Nadodrzańskie Zakłady Przemysłu Organicznego  
„Rokita”, Brzeg Dolny (Polska)

## Urządzenie do wytwarzania w sposób ciągły etanoloamin a szczególnie trójetanoloaminy

1

Przedmiotem wynalazku jest urządzenie do wytwarzania w sposób ciągły etanoloamin, a szczególnie trójetanoloaminy, z tlenu etylenu i wodnego roztworu amoniaku.

Do tych celów stosowane są obecnie jednonaczyniowe reaktory wyposażone w wężownicę chłodzącą i mieszadło, do których tłoczy się odmierzoną ilość wodnego roztworu amoniaku a następnie dozuje ciekły tlenek etylenu pod zwiększonym ciśnieniem, albo wprowadza gazowy tlenek etylenu przy pomocy bełkotki. Urządzenia te pracują okresowo. Znane są również urządzenia o działaniu ciągłym, składające się z rurowego reaktora oraz połączonych z nim kolumn do destylacji surowego produktu, celem oddzielenia nieprzereagowanego amoniaku i wody oraz rozdzielania mieszaniny etanoloamin.

Wytwarzanie etanoloamin w tych urządzeniach jest jednak możliwe tylko przy stosowaniu dużego nadmiaru amoniaku. Na przykład: przy stosunku molowym amoniaku do tlenu etylenu 7,5 : 1 tworzą się głównie mono i dwuetanoloaminy, przy stosunku 5 : 1 głównie dwuetanoloamina a przy stosunku 2 : 1 trójetanoloamina w ilości około 75% obok 10% eterów stanowiących produkt odpadowy. Stosowany w nadmiarze amoniak albo traci się jako odpad produkcyjny albo odzyskuje przez destylację, co podnosi koszty.

Urządzenie według wynalazku pozwala wytwarzać mieszaninę etanoloamin zawierającą około

2

75% trójetanoloaminy obok 3% eterów przy stosunku molowym amoniaku do tlenu etylenu równym około 0,70 : 1. Osiąga się to dzięki takiej konstrukcji urządzenia, która ogranicza mieszanie się w nim produktów reakcji z substratami.

Urządzenie według wynalazku jest przedstawione na rysunku w przekroju pionowym. Składa się ono z dwóch naczyń współosiowych w kształcie walca, a mianowicie: naczynia wewnętrznego 2 wypełnionego pierścieniami Raschiga lub elementami o podobnym działaniu, służącego do roztrawiania tlenu etylenu w wodzie amoniakalnej i reakcyjnego naczynia zewnętrznego 1 z umocowaną w nim chłodnicą 3, przeznaczoną do odprowadzania ciepła reakcji.

Stosunek użytkowych pojemności naczyń dobiera się w zależności od stężenia stosowanego w reakcji roztworu amoniaku i rodzaju wytwarzanej w procesie etanoloaminy w taki sposób, aby przy dobranej szybkości przepływu reagentów, czas ich przebywania w naczyniu wewnętrznym 2 był wystarczający do wymieszania reagentów lecz zbyt krótki do ich znacznego przereagowania, zaś czas przebywania w naczyniu zewnętrznym 1 był wystarczający do całkowitego przebiegu reakcji. Zapoczątkowanie reakcji w naczyniu wewnętrznym 2 nie wpływa ujemnie na przebieg procesu.

Naczynie zewnętrzne 1 jest zamknięte pokrywą 14, w której umocowany jest odpowietrznik 16 w kształcie rury, służący do usuwania par tlenu

etylenu i amoniaku w przypadku niecałkowitego ich przereagowania.

Do dennicy naczynia zewnętrznego 1 przytwierdzone są: przewód rurowy 17, którym odpływa produkt do chłodnicy 15 oraz przewód z zaworem 5, przeznaczony do opróżniania naczynia.

Naczynie wewnętrzne 2 w kształcie rury, przymocowane szczelnie podstawą do naczynia zewnętrznego 1, posiada w dalszej części wymienną przegrodę 18, dostosowaną do przekroju naczynia i zaopatrzoną w otwory dla przepływu substratów. Na przegrodzie tej wspiera się wypełnienie naczynia.

Do dennicy naczynia 2 przytwierdzone są ponadto: przewód z zaworem 6, przeznaczony do opróżniania naczynia oraz przewody 19 i 20, na końcach których osadzone są bełkotki 4, 7, lub urządzenia o podobnym działaniu. Służą one do zasilania aparatu tlenkiem etylenu i wodnym roztworem amoniaku. Do górnej części naczynia wewnętrznego 2 przymocowane jest naczynie 10 w kształcie pierścienia, w którym usadowiony jest kołpak 13, wsparty o jego dno obrzeżem o wyciętych na całym obwodzie ząbkach. Służy on do hydraulicznego zamknięcia naczynia wewnętrznego 2.

Urządzenie wyposażone jest ponadto w termometry 8, 9, 11.

Na przewodzie 21, służącym do przesyłania produktu z chłodnicy 15 do odbieralnika, osadzona jest nasadka 12 o dobranej wysokości. Komplet wymiennych nasadek o różnych wysokościach pozwala syfonowo regulować poziom cieczy w naczyniu zewnętrznym 1. Gazowy tlenek etylenu i wodny roztwór amoniaku tłoczy się z dobraną szybkością, w sposób ciągły przewodami 19 i 20 poprzez bełkotki 4 i 7 do naczynia 2. Substraty wypełniają naczynie wewnętrzne 2 i mieszają się w nim. Mierzac temperaturę roztworu bada się

czy nie zachodzi reakcja syntezy, której towarzyszy wydzielanie ciepła. Następnie roztwór substratów przelewa się przez zamknięcie hydrauliczne, utworzone z elementów 10 i 13, do naczynia zewnętrznego 1. Wysokość napełnienia w tym naczyniu reguluje się przez odpowiednie dobranie nasadki 12.

W naczyniu zewnętrznym 1 zachodzi synteza etanoloamin. Odpowiednią temperaturę reakcji utrzymuje się przy pomocy chłodzenia.

Ze względu na mniejszy ciężar właściwy roztworu substratów od tworzących się produktów reakcji, produkty spływają spokojnie w dół aparatu 1, nie mieszając się ze świeżymi porcjami substratów. Wzrostowi różnicy ciężarów właściwych sprzyja również niższa temperatura w dolnej części aparatu 1. W tych warunkach świeży roztwór substratów, wpływający do naczynia zewnętrznego 1, ma ograniczoną możliwość stykania się z produktami reakcji i reagowania z nimi. Z dolnej części naczynia 2 produkt odpływa przez chłodnicę 15, rurociąg 21 i nasadkę 12 do odbieralnika. Produkt surowy daje się oczyszczać przez destylację próżniową w znanych urządzeniach.

#### Zastrzeżenie patentowe

Urządzenie do wytwarzania w sposób ciągły etanoloamin, a szczególnie trójetanoloaminy, z tlenku etylenu i amoniaku w roztworze wodnym, **znamiennie tym**, że składa się z zewnętrznego naczynia reakcyjnego (1) z chłodnicą (5) oraz naczynia wewnętrznego (2) do mieszania substratów, wypełnionego pierścieniami Raschiga lub elementami o podobnym działaniu wspartymi na dziurkowanej przegrodzie (18), zamkniętego hydraulicznie w czasie procesu przy pomocy naczynia (10) i osadzonego w nim kołpaka (13), o obrzeżu ząbkowanym na całym obwodzie.

