



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

263574
(11) (B1)

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 35/08
C 07 C 49/303

(22) Prihlášené 26 10 87
(21) (PV 7657-87.T)

(40) Zverejnené 16 09 88

(45) Vydané 15 07 89

(75)
Autor vynálezu

MIKULA OLDŘICH ing. CSc., KOPERNICKÝ IVAN RNDr. ing. CSc.,
HLINŠTÁK KAROL ing., HRONEC MILAN ing. CSc., BARTA
STANISLAV ing., FUTRIKANIČ JOZEF ing., BRATISLAVA, LICHVÁR
MILAN ing. CSc., SABADOŠ JÚLIUS ing. CSc., MICHALOVCE, JUHÁS
STANISLAV ing. CSc., OLEJNÍK VINCENT ing., STRÁŽSKE, MOLNÁR
GABRIEL ing., AMBROŽ FRANTIŠEK ing., MICHALOVCE, KOLESÁR
JÁN ing., STRÁŽSKE, ŽEDENYI MIKULÁŠ ing., CHOCHOLÁČEK
EUDOVÍT ing., MICHALOVCE, ZÁREMBA EMANUEL, STRÁŽSKE,
JESENSKÝ JÁN ing., HUMENNÉ

(54) Zariadenie pre výrobu cyklohexanonu a/alebo cyklohexanolu

1

2

Účelom riešenia je zlepšenie hydrodynamických podmienok pri výrobe cyklohexanonu a/alebo cyklohexanolu. Uvedeného účelu sa dosiahne tým, že reaktor má aspoň v jednej komore umiestnené dva rozdeľovače plynu opatrené prepážkami na zlepšenie cirkulácie kvapaliny vplyvom ejekčného efektu.

Predmetom vynálezu je zariadenie pre výrobu cyklohexanonu a/alebo cyklohexanolu oxidáciou cyklohexánu v kvapalnej fáze vzduchom alebo plynom obsahujúcim kyslík.

Pri oxidácii cyklohexánu plynní obsahujúcimi kyslík, v priemyselnom merítku najčastejšie vzduchom na zmes cyklohexanolu a cyklohexanonu prebiehajú následné reakcie, ktorými vzniká značné množstvo vedľajších produktov. Týmto produktami sú organické mono- a dikarboxylové C₁—C₆ kyseliny, hydroxykyseliny, laktóny, aldehydic-ké, ketónické zlúčeniny, C₁—C₆ alkoholy, estery uvedených kyselín a alkoholov, kondenzačné produkty cyklohexanonu, cyklické a lineárne uhľovodíky a iné organické zlúčeniny.

Tieto predstavujú nežiadúci odpad výroby cyklohexanonu a súčasne sú aj prekursorami polyesterifikačných, polyéterifikačných, polykondenzačných a polymerizačných reakcií, ktorými sa tvoria nerozpustné vysokomolekulárne zlúčeniny. Tieto sú príčinou zanášania nedostatočne miešaných zón a úzkych profilov zariadení uzla oxidácie, zvlášť reaktora oxidácie cyklohexánu.

Selektivita tejto reakcie je ovplyvňovaná viacerými reakčnými parametrami, z ktorých významné sú reakčná teplota, reakčný čas, koncentrácia, druh a spôsob dávkovania katalyzátora, pomer dávkovaných množstiev čerstvého a recyklovaného cyklohexánu a kyslíka, spôsob dávkovania cyklohexánu do reaktora a vzduchu do reakčnej zmesi, kvalita do reakcie vstupujúceho cyklohexánu.

Na priebeh oxidácie cyklohexánu má tiež významný vplyv konštrukcia reaktora. Pre zlepšenia procesu oxidácie bolo navrhnutých viacero reakčných zariadení, ktoré sú charakterizované, resp. sa odlišujú hlavne konštrukciou samotného reaktora (vertikálne alebo horizontálne typy reaktorov), konštrukciou rozdeľovania vzduchu alebo plynu s obsahom kyslíka (napríklad rôzne typy barbotážnych rozdeľovačov) a konštrukciou vnútra reaktora, ktorou sa má zabezpečiť koncentračná a teplotová homogenita reakčnej zmesi a tým aj žiadaná selektivita.

Uvedenú funkciu spĺňa horizontálny reaktor, ktorý je konštrukčne riešený ako kaskádový systém s počtom 4 až 8 stupňov [PL. patent č. 64 449] a je navrhnutý tak, aby sa dosiahla čo najvyššia selektivita a aby sa obmedzila tvorba usadenín a zvýšil pracovný objem. Reaktor pozostáva z horizontálneho cylindrického plášťa, ktorý je dvojicami prepážok rozdelený na sériu komôr. Z každej dvojice prepážok jedna plní funkciu prepadovej prepážky, druhá funkciu hydraulického uzáveru, čím zamedzuje kontaktu medzi parnými zložkami jednotlivých komôr. Prepadová prepážka je pevne spojená s dnom a stenami plášťa a tvorí voľný priestor nad dnom plášťa. Spodný okraj prepádu prvej prepážky sa nachádza vyššie ako okraj prepádu druhej prepážky.

S cieľom zabrániť spätnému miešaniu re-

akčnej zmesi a prieniku bubliniek z komory do predchádzajúcej komory bez narušenia hydrodynamických podmienok miešania bol vyššie uvedený reaktor upravený tak, že každá dvojica prepážok je opatrená prídavnou prepážkou, ktorá je pevne spojená so stenami plášťa a je orientovaná horizontálne alebo šikmo k vrchnej časti, pričom vrchná časť prídavnej prepážky je viac vzdialená od prepážky tvoriacej hydraulický uzáver parnej fázy ako od prepadovej prepážky [PL. pat. č. 94 062].

Modifikáciou vyššie uvedeného reaktora je reaktor, ktorý má upravenú prídavnú prepážku tak, aby vzdialenosť medzi prídavnou prepážkou a stenou plášťa reaktora bola 1 až 400 mm, s výhodou 10 až 100 mm. Touto úpravou sa proklamuje zlepšenie prietoku reakčnej zmesi medzi jednotlivými komorami a obmedzenie spätného toku [PL. patent č. 134 291].

Zvýšenie selektivity oxidácie cyklohexánu na zmes cyklohexanolu a cyklohexanonu pri dodržaní požadovanej konverzie a možnosť zvýšenia výkonu oxidačného reaktora je možno dosiahnuť použitím rozdeľovača plynu s nerovnomerne rozmiestnenými otvormi vo vodorovnom priereze reaktora v smere kolmom na smer prúdenia reakčnej zmesi.

Zlepšenie koncentračnej a teplotovej homogenity reakčnej zmesi rieši spôsob uvádzania a vedenia procesu oxidácie organických zlúčenín v barbotážnych reaktoroch. Je charakterizovaný priemernou lineárnou rýchlosťou výtoku oxidačného plynu otvormi presne matematicky definovanými [PL. patent č. 241 111].

Ďalšieho zlepšenia selektivity procesu oxidácie cyklohexánu možno dosiahnuť v reaktore, ktorý zároveň zaručuje vysoký stupeň využitia kyslíka z oxidačného plynu [PL. pat. č. 136 028]. V uvedenom reaktore sa dosahuje intenzívneho miešania reakčnej zmesi systémom výhodne rozmiestnených rozdeľovacích prepážok a podľa polohy na ramene rozdeľovača vzduchu tiež rozdielnou vzdialenosťou a rozdielnym prierezom otvorov od vertikálnej osi barbotážneho ramena.

Z odbornej literatúry je všeobecne známe, že na priebeh a výsledok oxidácie cyklohexánu má významný vplyv stupeň tzv. šarotovania reakcie. Ak tento je selektívny a nedochádza v ňom k tvorbe produktov vyšších oxidačných, je predpoklad výroby oxidačnej reakčnej zmesi s menším obsahom vedľajších produktov. Okrem technologických podmienok prvého stupňa oxidácie (teploty, tlaku, mólového pomeru cyklohexánu ku kyslíku, koncentrácie katalyzátora, kvality vstupného cyklohexánu) majú na priebeh reakcie výrazný vplyv hydrodynamické pomery, ktoré sú zase funkciou najmä vnútornej konštrukcie reaktora.

S cieľom zlepšiť hydrodynamické podmienky prvých stupňov viacstupňovej oxi-

dácie cyklohexánu vzduchom a zvýšiť koncentračnú a teplotovú homogenitu reakčnej zmesi sa pristúpilo k úpravám konštrukčných prvkov vnútornej zostavy reaktora.

Predmetom tohto vynálezu je viacstupňový reaktor pre výrobu cyklohexanonu a/alebo cyklohexanolu vzduchom alebo plynom obsahujúcim kyslík v kvapalnej fáze. Pozostáva z vodorovne uloženého valcovitého plášťa, ktorý je dvojicami prepážok vo vnútri rozdelený na systém komôr. Každú dvojicu prepážok tvorí prepádová prepážka s posúvateľnou hranou a tzv. hydraulická prepážka, ktorá tvorí hydraulický uzáver komory. Vzduch alebo plyn s obsahom kyslíka sa aspoň v jednej komore reaktora rozptyľuje na rozdiel od doteraz známych spôsobov dvojicou rozdeľovačov, ktoré sú po oboch stranách opatrené prepážkami kolmými na horizontálnu os reaktora.

Vzájomná vzdialenosť vnútorných prepážok je päťnásobne, výhodne dvojnásobne väčšia ako je vzdialenosť vonkajšej prepážky rozdeľovača a prepádovej prepážky. Vzdialenosť týchto dvoch prepážok je minimálne dvakrát väčšia ako je priemer jednotlivého ramena rozdeľovača, výhodné je ak je táto vzdialenosť 520 mm. Vzdialenosť krajných ramien rozdeľovačov a prepážok sa rovná najmenej polovici priemeru ramena rozdeľovača.

Uvedenou konštrukciou vnútra aspoň jednej komory reaktora, s výhodou prvých komôr viacstupňového reakčného systému, resp. prvej tzv. štartovacej komory, ktorá

má vzhľadom na jej funkciu zvyčajne najväčší objem zo všetkých komôr reaktora sa dosiahne zlepšenie koncentračnej a teplotovej homogenity intenzívnejším miešaním reakčnej zmesi dvojicou rozdeľovačov, pričom spätnému toku sa zabraňuje tzv. usmerňujúcimi prepážkami. Výsledkom úprav podľa vynálezu je zvýšenie selektivity reakcie v prvých stupňoch oxidácie a tým aj zvýšenie selektivity celého procesu oxidácie cyklohexánu. Výhody vynálezu ilustrujú nasledujúce príklady:

Príklad 1

Reaktor oxidácie cyklohexánu má šesť komôr opatrených po jednom rozdeľovači plynu. Reaktor pracuje nepretržite tri mesiace.

Príklad 2

Reaktor oxidácie cyklohexánu má šesť komôr. Druhá až šiesta komora sú opatrené po jednom rozdeľovači plynu, s výhodou opatrených po oboch stranách prepážkami. Prvá komora je opatrená dvoma rozdeľovačmi plynu 3 a 4 opatrených po dvoch stranách prepážkami 5. Vonkajšia prepážka 5 rozdeľovača 4 umiestnená pri prepádovej prepážke 1 je od nej vzdialená 520 mm a vzdialenosť prepážok 5 od krajných ramien rozdeľovača 3 a 4 je rovná priemeru ich ramien. Reaktor pracuje nepretržite 4 mesiace.

PREDMET VYNÁLEZU

Zariadenie pre výrobu cyklohexanonu a/alebo cyklohexanolu oxidáciou cyklohexánu vzduchom alebo plynom obsahujúcim kyslík v kvapalnej fáze, ktorý pozostáva z horizontálne uloženého cylindrického plášťa, vo vnútri rozdeleného na sústavu komôr dvojicami prepážok, prepádovej s posúvateľnou hranou a prepážky tvoriacej hydraulický uzáver komora vyznačujúci sa tým, že zariadenie na rozptyľovanie plynu v kvapalnej fáze aspoň v jednej komore viacstupňového reaktora pozostáva z dvoch rozde-

ľovačov plynu (3 a 4) opatrených po oboch stranách prepážkami (5), pričom vzájomná vzdialenosť vnútorných prepážok je päťkrát, s výhodou dvakrát väčšia ako je vzdialenosť vonkajšej prepážky rozdeľovača (4) a prepádovej prepážky (1), ktorá je rovná minimálne dvojnásobku priemeru ramena rozdeľovača, s výhodou 520 mm a vzdialenosť krajných ramien rozdeľovačov a prepážok (5) je rovná najmenej polovici priemeru ramena rozdeľovačov.

