

Винахід відноситься до області хімічної технології, зокрема до способів виділення фталевого ангідриду з реакційних газів в результаті окислювання ароматичних вуглеводнів. Фталевий ангідрид знаходить широке застосування в лакофарбовій промисловості.

Відомий спосіб уловлювання фталевого ангідриду методом сублімаційної конденсації в конденсаторах намоорожування, де відбувається охолодження контактних газів нижче точки роси й осадження кристалів фталевого ангідриду, що виділилися в процесі сублімації (Гуревич Д.А, Фталевый ангидрид. М.: Химия, 1968, с. 125-130).

Недоліком цього способу є зниження продуктивності процесу уловлювання фталевого ангідриду з часом через погіршення теплообміну в конденсаторі. Через 5 годин роботи апарата ступінь уловлювання фталевого ангідриду знижується приблизно на 10% і прискорюється процес уловлювання побічних продуктів реакції (малеїновий ангідрид, 1,4-4-нафтохінон і ін.). Щоб уникнути зниження якості продукту-сирцю встановлюють додаткові конденсатори намоорожування, що зв'язано з великими матеріальними витратами. Крім того, наявність домішок ускладнює подальше очищення сирцю на стадіях термодесорбції і дистиляції.

Найбільше близьким до запропонованого винаходу по технічній суті є спосіб уловлювання фталевого ангідриду з контактних газів шляхом охолодження його поліметилсилоксановою (ПМС) рідиною до 40-60°C (Авт. свид. СССР 1316215 А1). Це технічне рішення вибране заявником за прототип. Недоліком відомого способу є утворення при різкому охолодженні фталеповітряної суміші (ФПС) аерозолу з часток фталевого ангідриду і ПМС рідини. В результаті відбувається винос поліметилсилоксанової рідини з газами, які відходять (1-2%), що приводить до збільшення витрат ПМС рідини.

Крім того, утворюється аерозоль із часток нафтохінону і малеїнового ангідриду і збільшується концентрація цих домішок у газах, які відходять, що приводить до перевищення рівнів гранично-припустимих викидів (ГПВ) по цих речовинах. (Н.Г. Рыбальский, М.А. Малярова и др. Экология и безопасность. Справочник, т. 2, ч. 1, с. 193-235, т. 3, ч. 2, с. 365-378, ВНИПИ, М.: 1993).

У відомому способі використання змішувача 1 вимагає великих енерговитрат, зв'язаних із перекачуванням ФПС тому що тиск ФПС на вході з змішувач 10кПа, а гідравлічний опір змішувача 8-9кПа, у той час як промислові газові насоси можуть перебороти опір від 3 до 6кПа. Задачею даного винаходу являється удосконалення відомого способу десублімації фталевого ангідриду із фталеповітряної суміші охолодженням її інертним холодоагентом шляхом зміни режиму охолодження і за рахунок цього зменшення витрат холодоагенту, зниження енерго-технологічних затрат і шкідливих домішок в відхідних газах, підвищення економічності : покращення екологічності процесу.

Поставлена задача досягається тим, що в способі десублімації фталевого ангідриду із фталеповітряної суміші шляхом її охолодження інертним холодоагентом - поліметилсилоксановою рідиною процес охолодження проводять при протиточному русі поліметилсилоксанової рідини в тарілчастій колоні.

Суть винаходу пояснюється таким чином.

При проведенні процесу охолодження ФПС при протиточному русі ПМС рідини в тарілчастій колоні відбувається безпосередній контакт ФПС і ПМС рідини, що сприяє підвищенню тепло- і масообміну. При протиточному русі ПМС рідини в тарілчастій колоні відбувається поступове охолодження ФПС, що сприяє більш повному процесу десублімації не тільки фталевого ангідриду (ФА), але й практично всіх домішок, в основному, малеїнового ангідриду і нафтохінону.

На фіг.1 приведено технологічну схему установки для здійснення способу.

Установка містить тарілчасту колону 1 із розташованими всередині неї тарілками, з'єднану зі збірником суспензії ФА і ПМС рідини 2. Насос 3 з'єднаний із збірником суспензії 2, із холодильником 4 і теплообмінником 5. Теплообмінник 5 з'єднаний із сепаратором 6, призначеним для відокремлення масла від кристалічного фталевого ангідриду.

Спосіб десублімації ФА здійснюється таким чином. ФПС із температурою 160-190°C під тиском 3000-6000Па з контактного відділення подають в десублімаційну тарілчасту колону 1 під нижню тарілку. Протитоком на верхню тарілку подається суспензія ФА в ПМС рідині, охолоджена до температури не нижче 42°C. У колоні 1 відбувається охолодження ФПС і десублімація ФА при безпосередньому контакті з охолодженою ПМС. Завдяки протитоку процес охолодження відбувається поступово, а в процесі десублімації відбувається виділення не тільки ФА, але і практично всіх домішок - малеїнового ангідриду і нафтохінонів. В результаті зміст фталевого ангідриду, малеїнового ангідриду і нафтохінонів у хвостових газах не перевищує норми ГДВ і їхнє подальше очищення не потрібне.

Температура суспензії ФА в ПМС, що подається на десублімаційну колону, не повинна перевищувати 42°C, тому що при охолодженні ФПС нижче цієї температури відбувається конденсація води з утворенням фталевої кислоти, що приведе до зменшення ступеня уловлювання фталевого ангідриду.

Суспензія ФА в ПМС виходить із колоні 1 із температурою 60-90% і надходить у збірник 2, далі подається насосом 3 в холодильник 4, де охолоджується до температури 42-50°C і поступає на верх колоні 1. Частина суспензії (10-15% від маси) надходить у нагрівач 3, у якому підігрівається до температури 135-150°C, і далі в роздільник 6, де ФА плавиться. У роздільнику 6 відбувається розподіл рідкого фталевого ангідриду і ПМС. Розплавлений сирій ФА безупинно надходить із роздільника й збірник сирого ангідриду і далі на подальшу переробку.

Гаряча ПМС із температурою 135-150% надходить у збірник 2 і направляється в холодильник 4.

Використовувана поліметилсилоксанова рідина має наступні властивості:

| | |
|------------------------------------|--------|
| марка ПМС-100 в'язкість при 20%, | |
| сСт | 96-100 |
| температура кипіння при 1-3 мм | |
| рт.ст. °C | 300 |
| температура спалаху, °C | 300 |
| густина, р/см ³ | 0,98 |
| середня теплоємність (300-1000°C), | |
| ккал/кг.град | 0,39 |

Використання десублімаційної колони дуже вигідне, тому що гідравлічний опір не більш 1,50-2,0кПа і витрати на перекачку ФПС у 2-3 рази нижче, ніж у відомому способі. Крім того, теплообмін у колоні більш ефективний, завдяки чому витрата фталевоповітряної суміші на 1кг ПМС складає 0,30-0,35м³/кг, що на 20-25% більше, ніж у прототипі. У свою чергу, це дає 20-22,5%-ну економію свіжої ПМС.

Подача в роздільник усієї суспензії, що виходить із змішувача, економічно і технологічно не вигідна через велику кількість необхідного для нагріву всієї суспензії. Подача 10-15% від усієї суспензії, що циркулює, є достатньою для процесу розподілу, а нагрів такої кількості суспензії до 140-150°C дозволяє заощадити тепла в 3-5 разів у порівнянні з тим, якби нагрівали 100% суспензії.

Витрата суспензії менше 10% від усієї маси суспензії, що циркулює, приводить до погіршення процесу розподілу ФА і ПМС, а збільшення витрати суспензії у 15% недоцільно.

Приведений інтервал температур 160-190°C відповідає температурам ФПС, що виходить із холодильника на діючих заводах фталевого ангідриду. Зменшення температури ФПС нижче 160°C приводить до передчасної десублімації ФА і відкладенні його на стінках трубопроводів, що підводять ФА. При підвищенні температури ФПС >190°C знижується продуктивність газових холодильників по рекуперації тепла контактних газів, а також можливо утворення смолистих речовин, що зменшує ступінь уловлювання ФА.

Зменшення тиску ФПС на вході в колону 1 нижче 3000Па приводить до зменшення продуктивності процесу десублімації ФА, а збільшення тиску вище 6000Па погіршує процес масообміну в колоні і зменшує, таким чином, ступінь уловлювання ФА.

Приклад конкретної реалізації процесу:

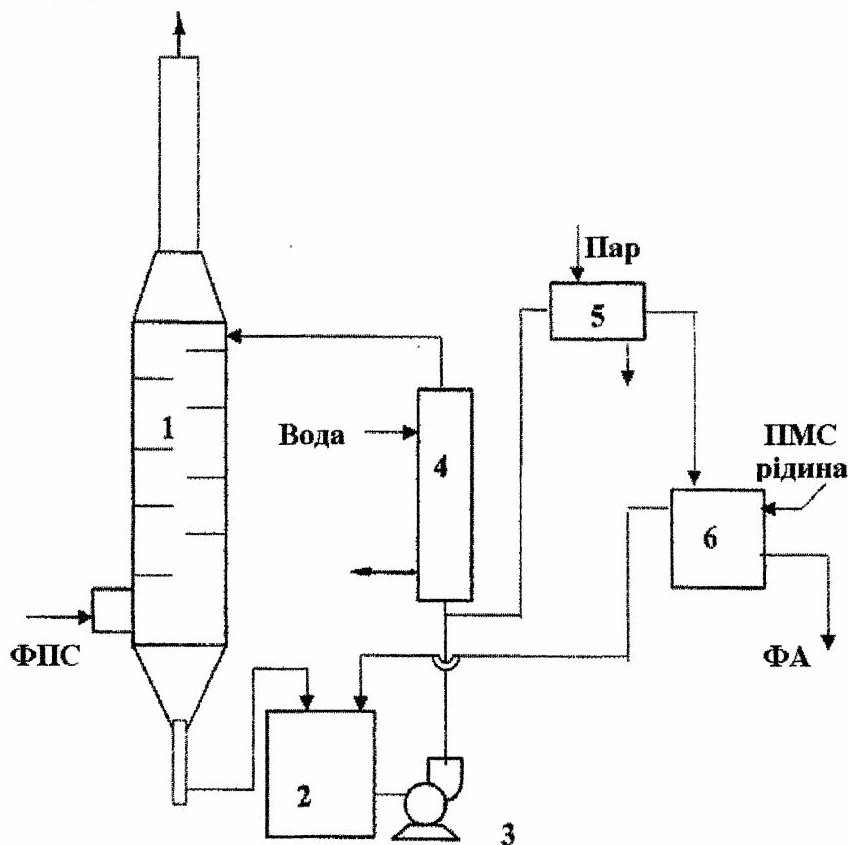
ФПС із температурою 170°C в кількості 30000м³/годину під тиском 600мм вод.ст. поступає в колону 1. Протитоком із холодильника 4 подається суспензія з температурою 400°C. З колони 1 суспензія з температурою 80°C спрямовується в проміжний збірник 2, далі насосом перекачується в холодильник 4 (85% від маси суспензії) і в теплообмінник 5 (15% від маси суспензії). В сепараторі 6 при температурі 138°C відбувається плавлення ФА і відокремлення його від ПМС. Визначення утримання масла в ФА, відібраному з нижньої частини сепаратора 6, показало слідові кількості масла - 0,001%.

Ступінь уловлювання ФА - 99,8% при витраті ФПС 0,35м³ на 1кг ПМС.

Склад газів, що відходять, р/м³: ФА - 0,05, малеїновий ангідрид - 0,04, 1,4-нафтохіон - 0,03.

Зменшення втрат ФА і поліпшення якості ФА в порівнянні з відомими способами досягається за рахунок відсутності перегрівів ФА при плавленні, що приводить до часткового розкладання ФА з утворенням домішок.

Відхідні гази



Фіг.