

Запропонований винахід відноситься до хімічної галузі, зокрема, до виробництва оцтової кислоти, а саме, - до способів виділення оцтової кислоти із продуктів карбонілювання, і може бути використаний у виробництві оцтової кислоти в присутності, наприклад, родієвого каталізатору.

Відомий спосіб виділення оцтової кислоти з продуктів карбонілювання метанолу оксидом вуглецю, в якому виділення продуктової оцтової кислоти здійснюють шляхом ректифікації парової фракції продуктів карбонілювання в одній колоні при температурі 147-149°C. Із голови колоні відводять потік легких фракцій, до складу якого входить вода, метілацетат, йодистий метіл і оцтова кислота. Цей потік рециркулюють на карбонілювання. З цієї ж колоні відводять потік продуктової оцтової кислоти, яка має концентрацію води менше 1500ч на млн. та концентрацію пропіонової кислоти менше 500ч на млн. Для очищення оцтової кислоти від домішок йодідів продуктову оцтову кислоту пропускають через один або декілька шарів іонообмінної смоли [1].

Відомий також спосіб виділення оцтової кислоти з продуктів карбонілювання, що включають родієвий каталізатор, в якому продукти карбонілювання спочатку випарюють в першому флеш-випарювачі, звідки парову фракцію направляють в ректифікаційну колону, де виділяють головну фракцію, до складу якої входять продукти карбонілювання і кубовий залишок - продуктову оцтову кислоту, забруднену домішками йодідів, який направляють в кінцевий флеш-випарювач, де продуктову оцтову кислоту у вигляді парів відділяють від рідкої фракції.

В якості кінцевого флеш-випарювача використовують випарювач миттєвого випарювання без фракціонування або застосовують флеш-випарювач, виконаний як одне ціле з ректифікаційною колоною, з верхньої частини якої відводять легку фракцію, а парову фракцію оцтової кислоти відводять з кубу колоні окремо від кубового залишку, який виводять з основи колоні.

В кінцевому флеш-випарювачі підтримують надлишок тиску до  $10^6$ Па і/або температуру 100-200°C. Перший флеш-випарювач у своїй верхній частині має скрубєрну секцію, куди подають рідку фракцію з кінцевого флеш-випарювача.

Оцтову кислоту з низькою концентрацією йодідів одержують за допомогою етерифікації, після чого оцтову кислоту виділяють у кінцевому флеш-випарювачі [2].

Недоліком способів 1, 2 є використання коштовного та нестандартного обладнання, а також втрати оцтової кислоти у вигляді рідких відходів - кубового залишку ректифікації або флеш-випарювання та корозія технологічного обладнання, обумовлені високою температурою в ректифікаційній колоні (147-149°C) і/або в кінцевому флеш-випарювачі (до 200°C).

Отже, в умовах способів 1,2 ані використовуючи одну колону, ані застосовуючи два флеш-випарювачі неможливо одержати задовільні результати, які б характеризували низькі втрати оцтової кислоти з рідкими відходами.

Найбільш близьким за технічною суттю та досягнутому результату є спосіб виділення оцтової кислоти з продуктів карбонілювання шляхом ректифікації продуктів карбонілювання при підвищеній температурі з виділенням потоку оцтової кислоти з домішками води, метілацетату, йодних сполук, рециркуляцією частини цього потоку у вигляді флегми на ректифікацію продуктів карбонілювання, виділенням потоку продуктової оцтової кислоти і потоку оцтової кислоти, забрудненої домішками пропіонової кислоти.

Потік оцтової кислоти, забрудненої домішками пропіонової кислоти, який виділяють на стадії ректифікації продукції карбонілювання, відводять з кубу колоні у вигляді рідких відходів на термічне знезаражування [3].

Недоліком відомого способу є те, що на термічне знезараження, разом з рідкими відходами, виводиться значна частина оцтової кислоти і, таким чином, безповоротно втрачається.

Заявниками встановлено, що значні втрати оцтової кислоти обумовлені умовами ректифікації продуктів карбонілювання, зокрема, підвищеною температурою ректифікації продуктів карбонілювання, яка, з одного боку, є недостатньою для відділення оцтової кислоти від недистильованого залишку, а, з другого боку, є високою, з точки зору високої корозії технологічного обладнання та концентрації пропіонової кислоти, яка у вигляді домішок може забруднювати продуктову оцтову кислоту, що є недоцільним.

Спроба зниження втрат оцтової кислоти з рідкими відходами традиційним шляхом, а саме: шляхом підвищення температури ректифікації або шляхом зменшення кількості рідких відходів, що виводяться на термічне знезараження, - призводить до різкого погіршення якості продуктової оцтової кислоти, збільшенню в ній концентрації пропіонової кислоти та росту корозії технологічного обладнання.

Спроба зниження температури ректифікації продуктів карбонілювання нижче 135°C, в умовах відомого способу, знижує кількість виділюваної продуктової оцтової кислоти та сприяє підвищенню її втрат з рідкими відходами.

В основу винаходу поставлена задача створення такого способу виділення оцтової кислоти з продуктів карбонілювання, в якому шляхом зміни умов відомого способу, зокрема, використання речовин та застосування додаткової дії, забезпечується можливість зниження температури ректифікації продуктів карбонілювання, зменшення корозії з одночасним зменшенням втрат оцтової кислоти з рідкими відходами, збереженням високої якості оцтової кислоти, збільшенням ступеня виділення та зниженням кількості самих рідких відходів.

Ця задача вирішується тим, що у відомому способі виділення оцтової кислоти із продуктів карбонілювання шляхом ректифікації продуктів карбонілювання при підвищеній температурі з виділенням потоку оцтової кислоти з домішками води, метілацетату, йодних сполук, рециркуляцією частини цього потоку у вигляді флегми на ректифікацію продуктів карбонілювання, виділенням потоку продуктової оцтової кислоти і потоку оцтової кислоти, забрудненої домішками пропіонової кислоти, ректифікацію продуктів карбонілювання здійснюють при додатковій рециркуляції оцтової кислоти, яку попередньо відділяють від недистильованого залишку з потоку оцтової кислоти, забрудненої домішками пропіонової кислоти, ректифікацію продуктів карбонілювання здійснюють при додатковій рециркуляції оцтової кислоти, яку попередньо відділяють від недистильованого залишку з потоку оцтової кислоти, забрудненої домішками пропіонової кислоти.

Задача вирішується також тим, що оцтову кислоту відділяють від недистильованого залишку шляхом ректифікації при температурі 150-160°C потоку оцтової кислоти, забрудненої домішками пропіонової кислоти.

Задача вирішується також тим, що рециркуляцію оцтової кислоти здійснюють у паровій фазі.

Задача вирішується також тим, що ректифікацію продуктів карбонілювання здійснюють при температурі 130-135°C.

Саме здійснення стадії ректифікації продуктів карбонілювання при додатковій рециркуляції оцтової кислоти, яку попередньо відділяють від недистильованого залишку з потоку оцтової кислоти, забрудненої домішками пропіонової кислоти, в умовах запропонованого способу забезпечує зниження температури ректифікації продуктів карбонілювання та зниження корозії технологічного обладнання, тобто дає можливість пом'якшити умови ректифікації продуктів карбонілювання та збільшити ступінь виділення оцтової кислоти.

В порівнянні зі способом-прототипом, запропонований спосіб дозволяє в три рази зменшити кількість рідких відходів, а також втричі зменшити втрати з ними оцтової кислоти, на 0,4% збільшити ступінь виділення оцтової кислоти з продуктів карбонілювання, що спричиняє збільшення виробництва готового продукту на 600т/рік.

Ступінь корозії технологічного обладнання, насамперед, на стадії ректифікації продуктів карбонілювання зменшується з 0,05мм/рік до 0,03мм/рік.

Пошук, проведений у джерелах патентної та науково-технічної інформації, показав, що сукупність всіх істотних ознак даного способу виділення оцтової кислоти із продуктів карбонілювання, заявнику невідома. Отже, запропонований винахід відповідає вимогам новизни, тому що невідомий з рівня техніки.

Запропонований спосіб виділення оцтової кислоти з продуктів карбонілювання має винахідницький рівень, тому що заявником запропонована нова сукупність відомих у техніці елементів, що дозволяють досягнути несподіваного результату, що явно не витікає з очевидності з відомих властивостей та характеристик цих елементів, дозволяють досягнути несподіваного результату, явно не витікаючого з очевидності з відомих властивостей та характеристик цих елементів.

Запропонований спосіб виділення оцтової кислоти із продуктів карбонілювання включає:

- ректифікацію продуктів карбонілювання при температурі 130-135°C та при додатковій рециркуляції оцтової кислоти, яку попередньо відділяють від недистильованого залишку з потоку оцтової кислоти, забрудненої домішками пропіонової кислоти, з виділенням потоку оцтової кислоти з домішками води, метилацетату та сполук йоду з рециркуляцією частини цього потоку у вигляді флегми на ректифікацію продуктів карбонілювання, виділенням потоку продуктової оцтової кислоти і потоку оцтової кислоти, забрудненої домішками пропіонової кислоти;

- ректифікацію потоку оцтової кислоти, забрудненої домішками пропіонової кислоти, з відділенням оцтової кислоти від недистильованого залишку при температурі 150-160°C з рециркуляцією виділеної оцтової кислоти на ректифікацію продуктів карбонілювання. Причому оцтову кислоту відділяють від недистильованого залишку та рециркулюють на ректифікацію продуктів карбонілювання у паровій фазі.

Запропонований спосіб пояснюється прикладом та кресленням (Фіг.).

На кресленні приведена схема виділення оцтової кислоти із продуктів карбонілювання. Схема включає: колони ректифікації 1, 2, холодильник 3, збірник 4, кип'ятильник 5.

Колона 1 - колона ректифікації продуктів карбонілювання, колона 2 з насадкою - колона ректифікації потоку оцтової кислоти, забрудненої домішками пропіонової кислоти.

Приклад.

20000кг/ч продуктів карбонілювання, наступного складу: не менше 99,6% мас оцтової кислоти, близько 0,15% мас води, близько 0,2% мас пропіонової кислоти, до 300 частин на млрд. сполук йоду подають в колону 1.

Додатково в колону 1 із верхньої частини колони 2 рециркулюють до 1000кг/ч паріє оцтової кислоти (88% мас оцтової кислоти, 12% мас пропіонової кислоти), які попередньо відділяють від недистильованого залишку з потоку оцтової кислоти, забрудненої домішками пропіонової кислоти, з кубу колони 1.

Ректифікацію продуктів карбонілювання в колоні 1 здійснюють при температурі в кубі колони 130-135°C, при цьому з продуктів карбонілювання виділяють:

- з голови колони - оцтову кислоту з домішками води (0,3% мас), метилацетату (0,1% мас) та йодних сполук (0,2% мас), яку через холодильник 3 направляють в збірник 4, звідки частину (55000кг/г) оцтової кислоти рециркулюють у верхню частину колони 1 (флегмове число=3), а другу частину - 1214кг/г - виводять;

- з верхньої частини колони, але нижче точки вводу флегми, - продуктову оцтову кислоту 18750кг/г, яка містить близько 99,8% оцтової кислоти, близько 0,05-0,1% води та 20-50 частин на млрд. пропіонової кислоти;

- з кубу колони - оцтову кислоту з домішками пропіонової кислоти (близько 20% мас) - 1036кг/г. Крім того, оцтова кислота забруднена вищими кислотами, продуктами корозії та смолоутворення (до 1% мас).

Оцтову кислоту, забруднену домішками пропіонової кислоти (до 20% мас), і, крім цього, вищими кислотами, продуктами корозії та смолоутворення (до 1% мас), що виводять з кубу колони 1, подають в голову колони 2, де при нагріванні в кубі колони 2 до температури 150-160°C відділяють від недистильованого залишку близько 1000кг/ч парів оцтової кислоти (88% мас оцтової кислоти та 2% мас пропіонової кислоти), які рециркулюють в нижню частину колони 1.

Близько 36кг/ч недистильованого залишку, що знаходиться в кубі колони 2, який містить до 80% мас пропіонової кислоти, до 15% мас оцтової кислоти та до 5% мас вищих кислот, продуктів корозії та смолоутворення, відводять у збірник відходів, звідки, по мірі накопичення відходів, відводять на термічне обеззараження.

В порівнянні з відомим способом-прототипом запропонований спосіб:

- на 0,4% збільшує ступінь виділення оцтової кислоти з продуктів карбонілювання, таким чином, кількість готового продукту додатково збільшується до 600 т оцтової кислоти за рік;

- зменшує корозію технологічного обладнання, особливо нижніх тарілок, кубу та кип'ятильника колони виділення продуктової оцтової кислоти;

- у три рази зменшує кількість рідких відходів, що відводяться на термічне обеззараження, з одночасним зменшенням у рідких відходах кількості оцтової кислоти з близько 80% до близько 15-20%, тобто втрати оцтової кислоти з рідкими відходами зменшуються в 3 рази з 6 до 2кг на тону готового продукту;  
- зменшує витрати на обеззараження та покращує екологічну безпеку процесу.

Джерела інформації, прийняті до уваги при експертизі:

1. Россия, патент №2102379, C07C51/44, C07C51/12, опубл. 20.01.98г., приоритет GB №92116671.4, 02.06.92г.
2. Украина, патент №25825, C07C51/12, C07C51/14, D01D3/06, опубл. 26.02.99г., приоритет GB № 9120902.3. 02.10.91г.
3. Постоянный технологический регламент №129 производства уксусной кислоты из метанола и оксида углерода, СГПП "Объединение "Азот", утв. 26.12.96г. - С.85-88.

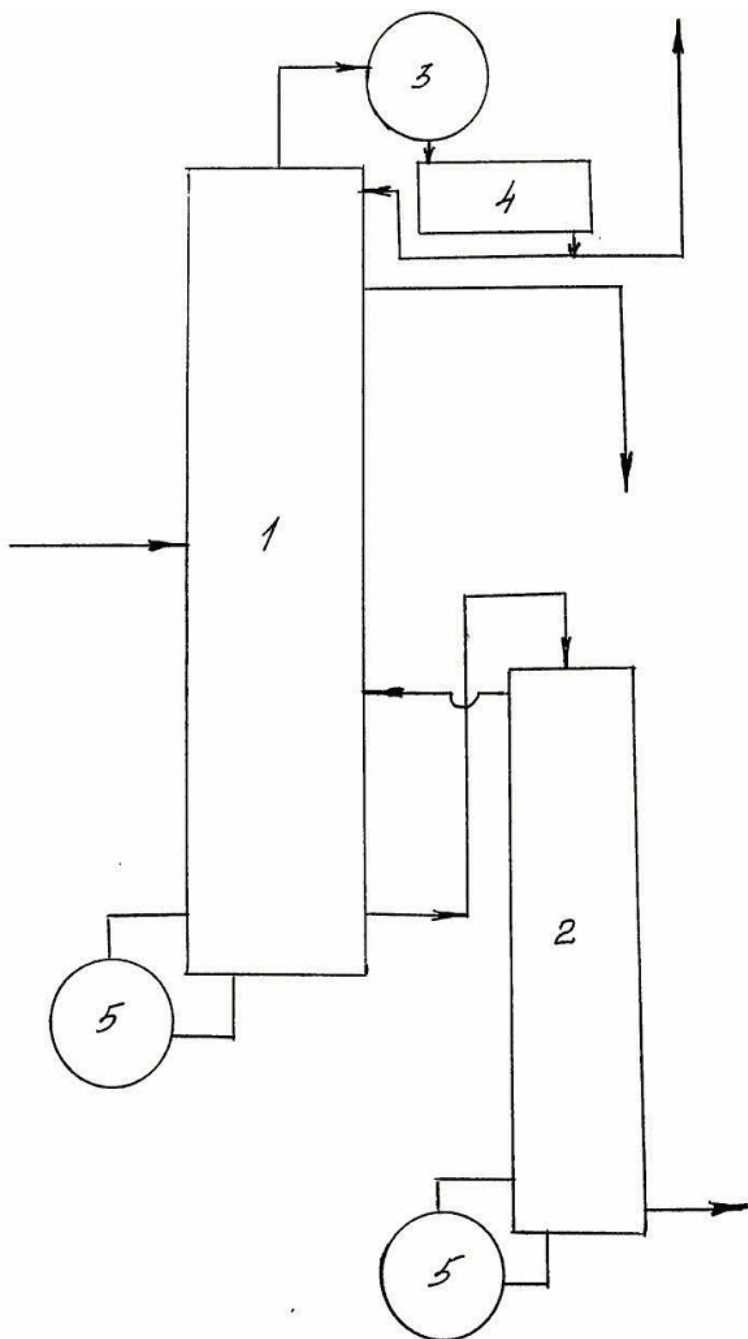


Fig.