



УКРАЇНА

(19) UA (11) 60383 (13) C2

(51) 7 C07C29/80,29/10,31/20

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ
І НАУКИ УКРАЇНИДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІОПИС
ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(54) СПОСІБ ОДЕРЖАННЯ ВИСОКОЧИСТОГО МОНОЕТИЛЕНГЛІКОЛЮ

1

(21) 2001042717
(22) 21 09 1999
(24) 15 10 2003
(86) PCT/EP99/06968, 21 09 1999
(31) 198 43 697 1
(32) 23 09 1998
(33) DE
(46) 15 10 2003, Бюл. № 10, 2003 р.
(72) Тайз Герхард, DE, Адриан Тілл, DE, Бесслінг Бернд, DE, Хассе Ханс, DE, Вансант Франс, BE
(73) БАСФ АКЦІЕНГЕЗЕЛЛЬШАФТ, DE
(56) DE 2364151 A, 25 07 1974
EP 0032665 A, 29 07 1981
(57) 1 Спосіб дистиляційного одержання високо-
чистого моноетиленгліколю з продукту гідролізу
оксиду етилену зневоднюванням під тиском, кра-
ще, у каскаді, вакуумним зневоднюванням і насту-
пним дистиляційним очищенням, в якому при зне-
воднюванні під вакуумом відбирають водяний
потік, що містить моноетиленгліколь у концентрації
менше 1 мас. %, краще, менше 0,1 мас. %, серед-
ньокиплячі компоненти і низькокиплячі компонен-
ти, і видаляють його через шлюз, можливо, після
подальшої переробки, який відрізняється тим, що
зневоднювання під вакуумом відбувається в колоні
для зневоднювання під вакуумом (5), а водяний
потік відводять у вигляді бічного потоку з колоні
зневоднювання під вакуумом (5), або зневодню-
вання під вакуумом проводять у двох колонах для
зневоднювання під вакуумом (5, 10), а водяний
потік відводять у вигляді головного потоку другої
колоні для зневоднювання під вакуумом (10)
2 Спосіб за п. 1, в якому головний потік колоні
дистиляційного очищення моноетиленгліколю (6)
повертають в останню колону для зневоднювання
під вакуумом (10), краще, у її середню частину, а
високочистий моноетиленгліколь відводять через
бічний відвід колоні дистиляційного очищення
моноетиленгліколю (6)

2

3 Спосіб за п. 2, в якому головний потік колоні
дистиляційного очищення моноетиленгліколю (6)
складає від 1 до 10% від відповідного бічного потоку
моноетиленгліколю, і/або між верхом колоні дис-
тиляційного очищення моноетиленгліколю (8) і
бічним відводом розташовано від 1 до 10, краще,
від 3 до 6 розділових стадій

4 Спосіб за одним з пунктів від 1 до 3, в якому
температура в нижній частині колоні або колон
для зневоднювання під вакуумом (5, 10) не пере-
вищує 220°C, а, краще, знаходиться в межах від
120°C до 200°C, найкраще, у межах від 160°C до
180°C

5 Спосіб за п. 1, в якому колона для зневодню-
вання під тиском (2) або, принаймні, перша колона
для зневоднювання під тиском батареї (2, 3, 4) має
відгінну секцію, принаймні, з однією роздільною
стадією, краще, з 2-10 роздільними стадіями, най-
краще, з 3-6 роздільними стадіями, і частину голо-
вного потоку колоні (або колон) для зневодню-
вання під тиском, що має(ють) відгінну секцію,
видаляють із системи

6 Спосіб за п. 5, в якому температура в місці ниж-
че точки живлення колоні для зневоднювання під
тиском (2) складає вище 80°C, але, краще, знахо-
диться в межах від 100°C до 250°C, найкраще, в
межах від 115°C до 230°C, а тиск у відгінній секції
дорівнює не менше 1 бар, краще, від 2 до 30 бар

7 Спосіб за п. 5 або 6, в якому головний потік ко-
лоні (колон) зневоднювання під тиском (2), що
має(ють) відгінну секцію, вводять у парціальний
конденсатор (9a) і/або у відгінну колону (9), особ-
ливо, у відпарну колону, а газоподібний(і) потік
(потоки), збагачений(і) побічним компонентом,
видаляють із системи

8 Спосіб за п. 7, в якому парціальний конденсатор
(9a) і відгінна колона (9) працюють при температу-
рі вище 90°C, краще, від 120°C до 250°C

Винахід стосується способу одержання висо-
кочистого моноетиленгліколю. Моноетиленгліколь
одержують у промисловості шляхом гідролізу ок-
сиду етилену, зневоднюванням і очищенням дис-
тиляцією. Для поліпшення селективності оксиду
етилену (далі позначено скорочено ОЕ) гідроліз

проводять у гідролізованому реакторі з великим над-
лишком води (масове співвідношення вода : ОЕ
складає від 4:1 до 15:1). При цьому компонент
може замінятися високими гліколями, особливо,
диетиленгліколем, триетиленгліколем і так далі.
Гідролізований реактор звичайно експлуатують при

(13) C2

(11) 60383

(19) UA

температурі від 120°C до 250°C і тиску 30 - 40 бар. Продукт гідролізу спочатку зневоднюють до залишкового вмісту води (100 - 200) частин на мільйон частин і потім розділяють на різні гліколи в чистій формі.

Зневоднювання, як правило, здійснюють у каскаді колон зі ступінчастим зниженням тиску. Внаслідок інтеграції тепла, як правило, лише нижня частина випарного апарату (випарника) першої працюючої під тиском колони обігривається паром ззовні, а всі інші колони, що знаходяться під тиском, навіпаки, обігриваються вторинним (соковим) паром розташованої завжди попереду колони. Живлення завжди подається в нижню частину колони, нижче першої тарілки, тому що для розподілу води і гліколей не потрібно відгінної секції. В залежності від вмісту води у вивантаженні з гідролізного реактора і рівня тиску і температури використовуваної зовні пари в нижній частині випарного апарату першої колони каскад зневоднювання під тиском складається з 2-7 колон. Зневоднювання під тиском закінчується зневоднюванням під вакуумом, що, як правило, здійснюють у колоні з дистиляційною секцією. Отримана при зневоднюванні вода повертається назад перед гідролізним реактором. Зневоднена суміш гліколей розділяється на чисті речовини в декількох колонах. Продукти - моноетиленгліколь, ди- і триетиленгліколь, завжди відводять у виді головного продукту, що виходить з верха колони, всі інші вищі гліколи виходять у виді суміші під назвою поліетиленгліколь, як продукт, що виходить з нижньої частини останньої колони.

Традиційні установки для одержання гліколей звичайно мають крім потоків продукту тільки лише один єдиний інший випуск, так звану ацетальдегідну продувку в нижній частині випарного апарату другої колони зневоднювання під тиском. Через шлюзовий пристрій там витягають несконденсовану частину використовуваної для обігріву вторинної пари першої колони. Таким чином, побічні компоненти, які або надходять в установку для одержання гліколей з потоком вода/ОЕ, або, ті, що утворюються внаслідок побічних реакцій в установці для одержання гліколей, можуть витягатися через шлюзовий пристрій з установки тільки лише з допомогою ацетальдегідної продувки або з потоком продуктів.

Останнє попрашує якість продукту і тому не бажано.

Віддавна установки для одержання гліколей оптимізували лише стосовно їхньої основної задачі, особливо, стосовно зменшення енергетичних і капітальних витрат при зневоднюванні і очищенні дистиляцією. З недавніх пір встановлені значно більш підвищені вимоги до якості продукту моноетиленгліколю, особливо, стосовно вмісту побічних компонентів. Існує два сорти якості продукту моноетиленгліколю: технічний сорт (антифризний сорт) зі зниженими вимогами до чистоти продукту для використання в якості холодоагенту і чистоти волокна з підвищеними вимогами для використання, серед іншого, у виробництві хімічних волокон. Специфікації чистоти волокна передбачають відому залежність від вільного альдегиду, розраховану на ацетальдегід за спектрофотометричним мето-

дом визначення як синій MBTH-комплекс від 7 до 20 частин на мільйон частин і за мінімальною УФ-трансмисією при 220 нм - 76% - 80% і при 275 нм - 90% - 95%. Результату виміру вільного альдегиду особливо сприяє формальдегід, ацетальдегід і гліколевий альдегід. УФ-активні речовини, так звані УФ-спойлери (інтерцептори), в значній мірі не відомі і відповідно до специфікації шкідливі вже в концентрації менше 1 частини на мільйон частин. Прикладами є акролеїн і кротоновий альдегід.

В японській заявці на патент JP-A-60 089 439 описаний спосіб очищення гліколю за допомогою вакуумної дистиляції при подачі інертного газу. Частину побічних компонентів відганяють потоком азоту і одержують гліколь високого ступеня чистоти, придатний для одержання волокна. Однак цей спосіб має той недолік, що для ефективного видалення через шлюз побічних продуктів потрібна велика кількість азоту. Це приводить до небажаних втрат продукту з газом, що відходить, і до неприпустимо сильних поточкових навантажень на дистиляційну колону.

В німецькій заявці на патент DE-A-1 942 094 описаний спосіб очищення моноетиленгліколю за допомогою дистиляції водяною паром у відгінній колоні, причому завдяки водяній парі підвищується летучість домішок у порівнянні з моноетиленгліколем.

У патенті Канади CA-C-1330350 описаний спосіб очищення моноетиленгліколю за допомогою добавки іонів бісульфату і наступної обробки аніонообмінними смолами.

Далі, відомі способи очищення моноетиленгліколю, в яких утворення побічних продуктів повинне бути зменшене в результаті запобіжних засобів в області конструкції апаратів і використаних при цьому матеріалів. У німецькій заявці на патент DE-A-19 602 116 описується спосіб очищення моноетиленгліколю в апараті, поверхню якого оброблено відновленими сполуками фосфору.

Однак всі вищезгадані способи мають той недолік, що для одержання високочистого моноетиленгліколю потребуються добавки або прийняття додаткових заходів в області апаратури.

Технічною задачею винаходу є створення простого дистиляційного способу одержання високочистого моноетиленгліколю без використання добавок або спеціальних матеріалів. Видалення через шлюз шкідливих, відповідно до специфікації, побічних компонентів повинне здійснюватися в переважаючих водяних відхідних потоках з максимальним вмістом гліколю 1 мас. %, причому побічні компоненти повинні концентруватися в відхідних потоках з фактором 10-100, тому що в протилежному разі утвориться занадто багато відхідної води.

Ця задача вирішується способом дистиляційного виділення високочистого моноетиленгліколю з продукту гідролізу оксиду етилену зневоднюванням під тиском, краще, в каскаді, вакуумним зневоднюванням і наступним дистиляційним очищенням. Винахід характеризується тим, що при вакуумному зневоднюванні відводиться водяний потік, що містить моноетиленгліколь у концентрації менше 1 мас. %, краще, менше 0,1 мас. %, середньокиплячі компоненти і низькокиплячі компоненти, і видаляється через шлюз, можливо, після до-

даткової переробки

Найкращий спосіб, в якому додатково до вищезгаданого рішення здійснюють зневоднювання під тиском у колоні для зневоднювання з відпінною секцією з, принаймні, однією стадією поділу, краще, з 2-10 стадіями поділу, найкраще, з 3-6 стадіями поділу і в який видаляють через шлюз частину головного потоку, що виходить з верхньої частини колони (колон), для зневоднювання з відпінною секцією

Виявлено, що шкідливі відповідно до специфікації побічні компоненти можуть бути особливо ефективно витягнуті на певних місцях способу. Визначення цих місць у способі є нетривіальним, тому що про характер побічних компонентів внаслідок комплексної фазової рівноваги до цього часу не можна судити досить добре. Тому в традиційних промислових способах створений лише дуже великий випуск для вкрай низькокиплячих побічних компонентів, так звана ацетальдегідна продувка в нижній частині випарного апарату другої колони для зневоднювання під тиском. Цей випуск не оптимізований, тому що вміст побічних компонентів був в значній мірі невідомий або не враховувався при оформленні процесу.

В даному випадку компоненти підрозділяються відповідно до їх розташування при кипінні на три класи

1 Низькокиплячі з більшою летючістю, ніж у води (особливо, альдегід, формальдегід у чистій воді, акролеїн),

2 Середньокіплячі з летючістю проміжною між водою і моноетиленгліколем (особливо, формальдегід у водяних розчинах, що містять гліколь, формальдегід у безводному моноетиленгліколі, гліколевий альдегід, кротоновий альдегід) і

3 Висококиплячі з низькою летючістю, як у моноетиленгліколю (особливо, високомолекулярні альдеїди, Уф-спойлер)

Відповідно до винаходу зневоднювання під вакуумом здійснюють так, що відводять водяний потік, що містить менше 1 мас % моноетиленгліколю, середньокіплячі компоненти і низькокиплячі компоненти і, можливо, після додаткової регенерації видаляють через шлюз

Вакуумне зневоднювання може відбуватися в колоні для зневоднювання під вакуумом, причому водяний потік, що містить середньокіплячі компоненти і низькокиплячі компоненти, відводять у виді бічного потоку. Колонна для зневоднювання під вакуумом призначена для подачі в неї потоку, що містить 1-99 мас % моноетиленгліколю і 1 - 99 мас % води, краще, 50 - 90 мас % моноетиленгліколю і 50 - 10 мас % води і шкідливі відповідно до специфікації побічні компоненти в межах від 1 ч на 10^6 ч до 5%, краще, в межах від 1 ч на 10^6 ч до 1%, найкраще, в межах від 1 ч на 10^6 ч до 1000 ч на 10^6 ч. Тоді колонна для зневоднювання під вакуумом працює таким чином, що відводять головний продукт, що виходить з верху колони, який складається, в основному, з води із вмістом моноетиленгліколю менше 5 мас %, краще, менше 1 мас %, найкраще, менше 1000 ч на 10^6 ч, і продукт з низу колони, що складається, в основному, з гліколю з вмістом води менше 5 мас %, краще, менше 1 мас %, найкраще, менше 1000 ч

на 10^6 ч. З колони для зневоднювання під вакуумом витягують бічний потік (із середньої частини колони) в значній мірі звільнений від моноетиленгліколю, тобто з вмістом моноетиленгліколю менше 5 мас %, краще, менше 1 мас %, найкраще, менше 1000 ч на 10^6 ч, і збагачений шкідливими відповідно до специфікації побічними компонентами, особливо, середньокіплячими компонентами, також як низькокиплячими компонентами. Колонна для зневоднювання працює при максимальній температурі низу колони 220°C, краще, від 120°C до 200°C, найкраще, від 160°C до 180°C

Подачею в колонну для зневоднювання під вакуумом є, як правило, вивід (випуск) низу колони для зневоднювання під тиском або останньої колони каскаду для зневоднювання під тиском. Однак, в окремих випадках можливо також здійснювати подачу безпосередньо у вивід ОЕ-гідролізного реактора (реактора для гідролізу оксиду етилену) колони для зневоднювання під вакуумом. Продукт, що виходить з низу колони зневоднювання під вакуумом, у значній мірі звільнений від води і подається на очищення моноетиленгліколю дистиляцією. Головний продукт, що виходить з верху колони, що складається в значній мірі з води, звільненої від моноетиленгліколю, повторно цілком або частково використовуються в процесі, особливо, направляється в гідролізний реактор. Бічний потік (із середньої частини колони) може подаватися в відхідну (стічну) воду або піддаватися подальшій переробці

В іншій кращій формі здійснення винаходу дві колони зневоднювання під вакуумом розташовані одна за одною. Підлягаючий очищенню потік, що містить гліколь, подають у першу колонну зневоднювання під вакуумом. Продукт, що виходить з низу першої колони зневоднювання під вакуумом, подають у другу колонну зневоднювання під вакуумом, краще, у її середню частину. Типова концентрація гліколю в продукті, що виходить з низу першої колони зневоднювання під вакуумом, складає 70 - 99,5 мас %, краще, 85 - 99,5 мас %, найкраще, 95 - 99 мас %. Головний продукт із верху другої колони зневоднювання під вакуумом відводять у виді водяного, в значній мірі звільненого від гліколю потоку з вмістом гліколю менше 5 мас %, краще, менше 1 мас %, найкраще, менше 1000 ч на 10^6 ч, збагаченого як середньокіплячими компонентами, так і низькокиплячими компонентами. Продукт, що виходить з низу другої колони зневоднювання під вакуумом, в значній мірі звільнений від гліколю. Його подають на очищення моноетиленгліколю дистиляцією. Температура низу другої колони (колон) зневоднювання під вакуумом, як правило, не повинна перевищувати 220°C, краще, вона повинна складати від 120°C до 200°C, найкраще, від 160°C до 180°C

В особливо кращому варіанті в одну єдину або останню колонну зневоднювання під вакуумом, у її середню частину подають головний потік, що відходить з дистиляційного очищення моноетиленгліколю. Завдяки такому заходу можуть бути витягнуті також побічні продукти, що утворюються в результаті побічних реакцій у процесі дистиляційного очищення моноетиленгліколю. Головний потік з верху колони, краще, невеликий і складає, особ-

ливо, від 1 до 10% від потоку чистого моноетиленгліколю. Для підтримки як можна меншим зворотного головного потоку побічні компоненти в головному потоці повинні бути сконцентровані. Для цього необхідні додаткові стадії поділу між місцем відбору чистого моноетиленгліколю (бічний відвід) і потоком, що повертається назад, тобто в колоні для дистиляційного очищення моноетиленгліколю, повинні бути здійснені деякі розділові стадії між відбором головного потоку з верха колоні і бічним відводом моноетиленгліколю, краще, від 1 до 10, найкраще, від 3 до 6 розділових стадій. Переважним побічним ефектом концентрування і зворотної подачі побічних компонентів є те, що вода, що міститься в невеликій кількості в живленні колоні для дистиляційного очищення моноетиленгліколю, також подається назад на зневоднювання під вакуумом. В результаті одержують надзвичайно збіднений водою моноетиленгліколь.

Згідно з особливою кращим варіантом способу додатково до видалення через шлюз при зневоднюванні під вакуумом поліпшується видалення через шлюз побічних компонентів, особливо, низькокиплячих компонентів, на стадії зневоднювання під тиском. Для цього копію зневоднювання під тиском, або, принаймні, першу копію каскаду зневоднювання під тиском оснащують відпінною секцією, принаймні, з однією стадією поділу, краще, з 2-10 стадіями поділу, найкраще, з 3-6 стадіями, причому з верха колоні (колон) для зневоднювання із секцією поділу видаляють через шлюз частину головного потоку.

Традиційні промислові способи мають, так звану, ацетальдегідну продувку в нижній частині випарного апарату другої колоні зневоднювання під тиском. Тут в значній мірі конденсується вторинна пара першої колоні зневоднювання під тиском, не сконденсовану частину якої (близько 1 - 5 мас. % від загальної кількості вторинної пари) видаляють через шлюз. Залишок вторинної пари, у разі потреби, конденсують згодом в іншому теплоносі, причому конденсаційне тепло може бути затребуване в відповідному місці всього процесу. Таким традиційним рішенням можуть бути витягнуті ацетальдегідною продувкою побічні компоненти, що відводяться з першої колоні зневоднювання під тиском у виді складової частини вторинної пари. Це є недостатнім, особливо, у випадку формальдегіду, тому що летючість формальдегіду у водяних розчинах гліколю знижується зі збільшенням вмісту гліколю, особливо, внаслідок хімічних реакцій формальдегіду з водою і гліколями. Таким чином, для відділення формальдегіду з продукту, що містить гліколь, низу колоні зневоднювання під тиском необхідна відпінна секція в колоні зневоднювання під тиском або, принаймні, у першій колоні зневоднювання під тиском каскаду, як мінімум, з однією стадією, краще, з 2-10 стадіями, найкраще, з 3-6 стадіями. Тільки лише після того, як формальдегід буде відділений від чистої водяної вторинної пари першої колоні, він може бути витягнений разом з ацетальдегідом при ацетальдегідній продувці. При цьому відділення формальдегіду у відпінній секції вдається тим краще, чим вище температура і, відповідно, вище тиск у колоні для зневоднювання під тиском або у

першій в каскаді колоні для зневоднювання під тиском, і чим більше води у випуску з реактора. У відпінній секції можна заощадити дві додаткові тарілки, якщо нижня частина випарного апарату конструктивно виконана з можливістю відділення відповідно до німецького патенту DE-C-33 38 488.

Кількість видалених через шлюз побічних компонентів, особливо, ацетальдегіду і формальдегіду залежить від того, наскільки багато відхідної води віддається через шлюз. При цьому кількість вторинної пари, несконденсованої в нижній частині випарного апарату другої колоні для зневоднювання, не завжди може бути збільшена через зв'язування енергії і виходячи з гранично припустимих регульованих технічних умов. Був знайдений особливо кращий варіант способу, відповідно до якого подальше відділення побічних компонентів зі сконденсованої вторинної пари можливо завдяки відгону з пором (відпарюванню) збагачену побічними компонентами відпінна пара може згодом бути енергетично використана у певному місці процесу. Тому для відгону з водяною парою не потрібно ніякої додаткової енергії, тільки лише додатковий апарат. Видалення через шлюз побічних компонентів особливо ефективно, якщо погон відпарної колоні подають в якості «повернення» (поворотного продукту). У першу копію для зневоднювання, тому що за допомогою такої поворотної подачі підвищується вміст альдегіду в головному продукті, що надходить з верха першої колоні зневоднювання під тиском і в від парній колоні і, отже, збільшується швидкість видалення через шлюз.

Температура нижче місця подачі в копію для зневоднювання під тиском, краще, складає вище 80°C, краще, між 100°C і 250°C, найкраще, між 115°C і 230°C причому тиск у відпінній секції дорівнює, принаймні, 1 бар, краще, від 2 до 30 бар.

Головний потік, що відходить з верха колоні (колон) для зневоднювання під тиском з відпінною секцією, краще направляється в парціальний конденсатор і/або у відпінну копію, особливо, у копію для відпарювання (відгону з водяною парою), а збагачений (-і) побічними продуктами газоподібний (-і) потік (потоки) видаляються через шлюз.

Зручно, якщо парціальний конденсатор і/або відпінна (відпарна) копія працюють при температурі вище 90°C, краще, між 120°C і 250°C.

Винахід пояснюється більш докладно доданими нижче малюнками, а також прикладами здійснення.

Окремо зображені:

Фіг. 1 - схема промислового способу одержання гліколю згідно відомого рівня техніки.

Фіг. 2 - схема кращого способу одержання гліколю відповідно до винаходу.

Фіг. 3 - приклад здійснення способу за винаходом з випуском побічних компонентів у виді головного потоку, що відходить з верха колоні зневоднювання під вакуумом.

Фіг. 4 - приклад здійснення способу за винаходом з копією для зневоднювання під тиском, що має відпінну секцію, і з випуском для побічних компонентів у виді головного потоку, що відходить з верха колоні, а також з наступним концентруванням у парціальному конденсаторі і відпарній

колоні

На Фіг. 1 зображена схема промислового одержання гліколю відповідно до відомого рівня техніки. Суміш води з оксидом етилену з масовим відношенням води до оксиду етилену від 4:1 до 15:1 подають у гідролізний реактор - і безпосередньо після цього направляють на зневоднювання під тиском, що у даному випадку зображено у вигляді каскаду колон 2, 3 і 4 із трьома ступіннями тиску. Подача в колони 2, 3 і 4 завжди знаходиться внизу колон. Потік вторинної пари першої колони для зневоднювання під тиском 2 конденсується в низі випарника другої колони для зневоднювання під тиском 3, а несконденсовану частину видаляють через шлюз у вигляді так названої ацетальдегідної продукції (В/АЦГ, тобто вода/ацетальдегід). Сконденсовану вторинну (сокову) пару з колон для зневоднювання під тиском 2, 3 і 4 повертають назад у гідролізний реактор 1. Потік, що відходить з низу останньої колони для зневоднювання під тиском 4, подається в колону 5 для зневоднювання під вакуумом у її середню частину. Вторинна пара з переважним вмістом води з колони 5 зневоднювання під вакуумом також конденсується і повертається назад у гідролізний реактор 1. Продукт, що виходить з нижньої частини колони 5 зневоднювання під вакуумом, подають у колону для дистиляційного очищення моноетиленгліколю 6, з якої відводять у вигляді головного продукту з верхньої частини колони моноетиленгліколь, а також побічні компоненти, особливо, формальдегід (ФА), гліколевий альдегід (ГА) і Уф-спойлер (УФ-С). Продукт, що відходить з низу, у колони для дистиляційного очищення моноетиленгліколю 6 подають у колону для дистиляційного очищення діетиленгліколю 7, з якої відводять чистий діетиленгліколь у вигляді головного продукту, що відходить з верха колони, а продукт, що видаляється з низу цієї колони, подають в іншу колону - дистиляційного очищення триетиленгліколю 8. Головний продукт, що відходить з верха колони дистиляційного очищення триетиленгліколю, являє собою чистий триетиленгліколь, а продукт, що відводиться з низу колони 8, містить суміш більш високих гліколей, що позначаються як «поліетиленгліколь» (ПЕГ).

З іншого боку, на Фіг. 2 зображений промисловий спосіб одержання високочистого моноетиленгліколю за винаходом. На противагу технологічній схемі 1 подача в першу колону зневоднювання під тиском 2 розташована вище, а саме, ця колона зневоднювання під тиском 2 має дві відгінні секції з 2-6 тарілками.

Інша відмінність способу згідно Фіг. 1 полягає в тому, що вторинна пара першої колони зневоднювання під тиском 2 після парціальної конденсації в нижній частині випарника колони зневоднювання під тиском 3 звільняється від побічних компонентів у відгінній колоні 9 з водяною парою. З відгінної колони видаляють через шлюз газоподібний потік, що містить побічні компоненти (В/АЦГ/ФА, тобто вода/ацетальдегід/формальдегід).

Інша відмінність технологічної схеми згідно

Фіг. 1 полягає в тому, що у верхній частині останньої колони зневоднювання під вакуумом 10 створений випуск збагаченої побічними компонентами водяної вторинної пари. Далі, головний продукт, що виходить з верха колони дистиляційного очищення моноетиленгліколю 6, видаляють тепер у вигляді побічного потоку, а головний потік, з верха колони для дистиляційного очищення моноетиленгліколю 6 повертають назад у середній частині останньої колони зневоднювання під вакуумом 10.

На Фіг. 3 зображений приклад створеного відповідно до винаходу випуску в головній частині останньої колони зневоднювання під вакуумом 10. На 10-у тарілку (Т10) колони зневоднювання під вакуумом 10 подають потік 11 і розділяють його в колоні зневоднювання під вакуумом 10, оснащеної 20 колпачковими тарілками, на головний потік 12 і потік, що виходить з нижньої частини колони 13. Потік, що виходить з нижньої частини колони 13, подають на 12-у тарілку (Т12) колони дистиляційного очищення моноетиленгліколю 6 з 45 колпачковими тарілками. Через бічний випуск із 35-ої тарілки (Т35) відводять високочистий моноетиленгліколь 16. Головний потік 14, що виходить з верхньої частини колони дистиляційного очищення моноетиленгліколю 6, повертають назад на 10-у тарілку (Т10) останньої колони зневоднювання під вакуумом 10. Потік 15, що йде з низу колони дистиляційного очищення моноетиленгліколю 6, подають в інші колони дистиляційного очищення. Склад потоків 11-16 приведений у нижченаведеній Таблиці 1. Звідти особливо видно, що концентрація побічних компонентів, особливо, ацетальдегіду, формальдегіду і гліколевого альдегіду від подачі 11 в останню колону зневоднювання під вакуумом 10 до бічного відводу 16 колони дистиляційного очищення моноетиленгліколю 6 явно знижується і одночасно зменшується відповідна Уф-трансмсія при 220нм, а також при 275нм.

На Фіг. 4 показаний приклад виконання колони зневоднювання під тиском 2 з відгінною секцією, а також з відгінною колоною 9 для концентрування побічних компонентів перед їхнім видаленням через шлюз. Подача 21 потоку, що містить гліколь, який підлягає розділенню, знаходиться на 5-ій таріпці колони зневоднювання під тиском 2 з 20 колпачковими тарілками. Її головний потік 23 після парціального конденсатора подається у вигляді потоку 26 у відгінну колону 9 з 10 колпачковими тарілками і протитоком звільняється від побічних компонентів водяною парою 29. Газоподібні потоки 25 і 27, які містять побічні компоненти, видаляють через шлюз. Частина потоку випуску з нижньої частини відгінної колони 9 у вигляді частини потоку 24 утворює зворотний потік колону зневоднювання 2. Склад потоків 21-29 для способу за винаходом приведений у Таблиці 2а. Для порівняння в Таблиці 2б приведений склад потоків 21-29 для способу відповідно до відомого рівня техніки, тобто з колоною зневоднювання під тиском без відгінної секції і відгінної колони.

Таблиця 1

Потік №		11	12	13	14	15	16
		Водяний живильний потік коло-ни, що містить гліколь	Відхідна вода, що містить альдегід	Збезводнений потік гліколю	Зворотний потік гліколю, що містить альдегід	Нижній потік дистиляційного очищення моноетиленгліколю	Бічний відвід моноетиленгліколю
Загальний потік	кг/год	2,500	0,080	2,480	0,062	0,730	1,690
Температура	°З	120	70	160	144	175	145
		рідкий	рідкий	рідкий	рідкий	рідкий	рідкий
Вода	мас %	3,19	99,5	0,01	0,38	0,00	0,00
Моноетиленгліколь	мас %	79,95	0,01	83,01	99,59	42,33	99,98
Діетиленгліколь	мас %	13,40	0,00	1350	0,00	45,83	0,02
Триетиленгліколь	мас %	2,87	0,00	2,89	0,00	9,83	0,00
Тетраетиленгліколь	мас %	0,59	0,00	0,59	0,00	2,01	0,00
Ацетальдегід	мас %	0,00	0,02	0,00	0,00	0,00	0,00
Формальдегід	мас %	0,00	0,01	0,00	0,01	0,00	0,00
Гліколевий альдегід	мас %	0,00	0,01	0 00	0,03	0,00	0,00
Ацетальдегід	мас ч на 1 мільйон ч	5	157	0	10	0	0
Потік №		11	12	13	14	15	16
Формальдегід	мас ч на мільйон ч	7	144	5	89	0	3
Гліколевий альдегід	мас ч на мільйон ч	6	78	10	282	3	4
Разом		100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
УФ-трансмсія 220нм	%	68,71	53,95	69,18	64,42	22,54	88,92
УФ-трансмсія 275нм	%	96,61	83,56	94,84	93,76	80,54	98,86

Таблиця 2а

Потік №		21	22	23	24	25	26	27	28	29
		Випуск із підрозлізного реактора	Продукт колони 2	Вторинна пара колони 2	Повернення	Конденсатор газу, що відходить	Конденсат	Відпінна колона газу, що відходить	Рециркуляційна вода	Відпінна пара
Загальний потік	кг/год	124,38	84,46	51,891	11,975	0,8	51,091	1,531	39,14	1,5
Температура	°С	235	183	178	178	178	178	178	178	200
		Рідкий	Рідкий	Газоподібн	Рідкий	Газоподібн	Рідкий	Газоподібн	Рідкий	Газоподібн
Вода	мас %	77,58	67,00	99,97	99,98	99,76	99,97	99,80	99,98	100,00
Моноетиленгліколь	мас %	18,30	26,96	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Діетиленгліколь	мас %	3,25	4,79	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Триетиленгліколь	мас %	0,71	0,20	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Тетраетиленгліколь	мас %	0,14	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00	0,00
Ацетальдегід	мас %	0,00	0,00	0,01	0,00	0,14	0,00	0,11	0,00	0,00
Формальдегід	мас %	0,01	0	0,02	0,02	0,09	0,02	0,09	0,02	0,00
Альдегід										
Ацетальдегід	мас ч на мільйон ч	26	24	64	10	1434	43	1071	10	0

Потік №		21	22	23	24	25	26	27	28	29
Формальдегід	мас ч на мільйон ч	94	100,00	231	192	935	219	934	192	0
Разом		100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00
Вода	г/ч	96497,1	56588,2	51875,7	11972,6	798,1	51077,6	1527,9	39132,1	1500,0
Моноетиленгліколь	г/ч	22765,3	22770,1	0,0	0,0	0,0	0,00	0,0	0,0	0,0
Диетиленгліколь	г/ч	4046,5	4047,3	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Триетиленгліколь	г/ч	883,5	883,7	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Тетраетиленгліколь	г/ч	172,8	172,8	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0	0,0
Ацетальдегід	г/ч	3,2	0,0	3,3	0,1	1,6	2,2	1,6	0,4	0,0
Формальдегід	г/ч	11,7	2,0	12,0	2,3	1,4	11,2	1,4	7,5	0,0

Таблиця 2б

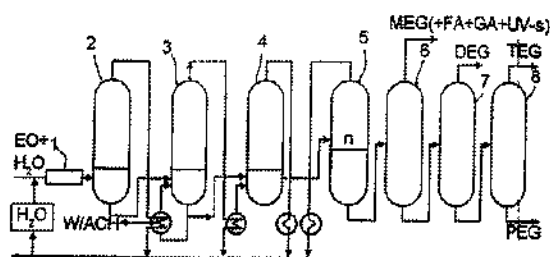
Потік №		21	22	23	24	25	26	27	28	29
		Випуск із гідролізного реактора	Продукт колонни 2	Вторинна пара колонни 2	Повернення	Конденсатор газу, що відходить	Конденсат	Відпінна колона газу, що відходить	Рециркуляційна вода	Відпінна пара
Загальний потік	кг/ч	124,42	84,47	51,925	11,975	0,8	51,125		39,15	0
Температура	°C	235	183	178	178	178	178	0	178	
		Рідкий	Рідкий	Газоподібн	Рідкий	Газоподібн	Рідкий		Рідкий	
Вода	мас %	77,58	67,00	99,98	99,98	99,78	99,98		99,98	
Моноетиленгліколь	мас %	18,30	26,96	0,00	0,00	0,00	0,00		0,00	
Диетиленгліколь	мас %	3,25	4,79	0,00	0,00	0,00	0,00		0,00	
Триетиленгліколь	мас %	0,71	1,05	0,00	0,00	0,00	0,00		0,00	
Тетраетиленгліколь	мас %	0,14	0,20	0,00	0,00	0,00	0,00		0,00	
Ацетальдегід	мас %	0,00	0,00	0,01	0,00	0,15	0,00		0,00	
Формальдегід	мас %	0,01	0,01	0,02	0,02	0,07	0,02		0,02	
Ацетальдегід	мас ч на мільйон ч	26	3	67	45	1508	45	0	45	
Формальдегід	мас ч на мільйон ч	94	55	173	165	701	165	0	165	
Разом		100,00	100,01	100,00	100,00	100,00	100,00		100,00	
Вода	г/ч	96528,1	56594,9	51912,5	11972,5	798,2	51114,3		39141,8	
Моноетиленгліколь	г/ч	22772,8	22772,8	0,0	0,0	0,0	0,0		0,0	
Диетиленгліколь	г/ч	4047,8	4047,8	0,0	0,0	0,0	0,0		0,0	
Триетиленгліколь	г/ч	883,8	883,8	0,0	0,0	0,0	0,0		0,0	
Тетраетиленгліколь	г/ч	172,8	172,8	0,0	0,0	0,0	0,0		0,0	

Потік №		21	22	23	24	25	26	27	28	29
Ацетальдегід	г/ч	3,2	0,3	3,5	0,5	1,2	2,3		1,7	
Формальдегід	г/ч	11,7	4,6	9,0	2,0	0,6	8,4		6,5	

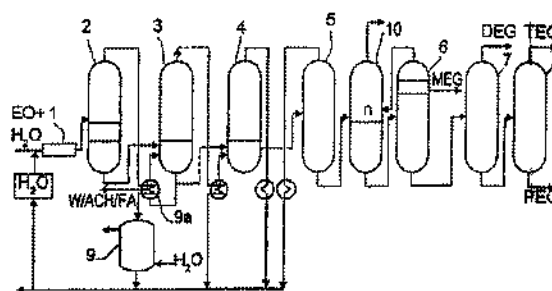
У способі за винаходом потік продукту 22 з першої колони зневоднювання під тиском 2 містить менше домішок (0,0г/ч ацетальдегіду і 2,0г/ч формальдегіду у порівнянні з відомим рівнем техніки (0,3г/ч ацетальдегіду і 4,6г/ч формальдегіду)

Серед побічних компонентів відповідно до ви-

находу видаляють 1,1г/ч ацетальдегіду і 0,7г/ч формальдегіду в потоці 25, а також 1,6г/ч ацетальдегіду і 1,4г/ч формальдегіду в потоці 27 у порівнянні з видаленням лише 1,2г/ч ацетальдегіду і 0,6г/ч формальдегіду у відомому з рівня техніки способі



Фиг. 1



Фиг. 2

EO – оксид етилену (OE)

W/ACH – вода/ацетальдегід (B/ACГ)

MEG (+FA+GA+UV-s) – моноетилентгліколь (+формальдегід+гліколевий альдегід +УФ-абсорбер) MEG (+FA+GA+УФ-р)

DEG – діетилентгліколь (ДЕГ)

TEG – триетилентгліколь (ТЕГ)

PEG – поліетилентгліколь (ПЕГ)

EO – оксид етилену (OE)

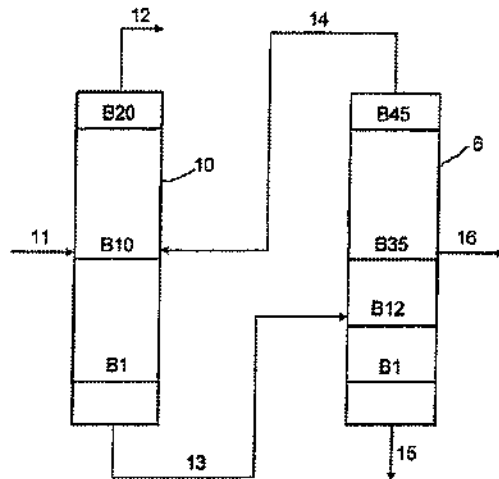
W/ACH/FA – вода/ацетальдегід/формальдегід (B/ACГ/ФА)

MEG – моноетилентгліколь

DEG – діетилентгліколь (ДЕГ)

TEG – триетилентгліколь (ТЕГ)

PEG – поліетилентгліколь (ПЕГ)



Фиг. 3

B1 – перша тарілка (T1)

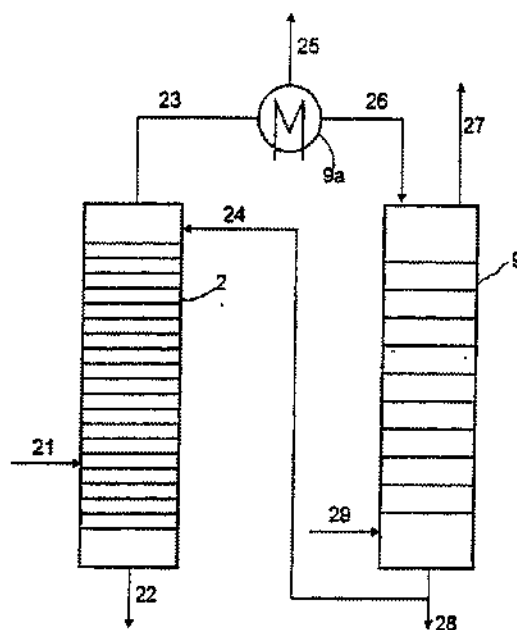
B10 – десята тарілка (T10)

B20 – двадцята тарілка (T20)

B12 – дванадцята тарілка (T12)

B35 – тридцять п'ята тарілка (T35)

B45 – сорок п'ята тарілка (T45)



Фиг. 4

