



(12) **BREVET DE INVENȚIE**

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: **94-00145**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **31.01.1994**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.04.2003 BOPI nr. **4/2003**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
US 2891094; RO 106131

(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: **GEORGESCU PETRU MIHAIL, PITEȘTI, RO; MATEI IOAN, PITEȘTI, RO; JINGA DOREL, PITEȘTI, RO**

(73) Titular: **ARPECHIM S.A., PITEȘTI, RO**

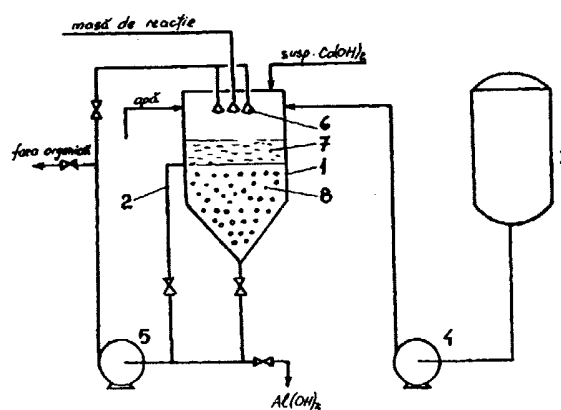
(72) Inventatori: **GEORGESCU PETRU MIHAIL, PITEȘTI, RO; MATEI IOAN, PITEȘTI, RO; JINGA DOREL, PITEȘTI, RO**

(74) Mandatar:

(54) **PROCEDEU ȘI INSTALAȚIE PENTRU HIDROLIZA ANILIDEI DE ALUMINIU**

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu și la o instalație de hidroliză a anilidei de aluminiu. Anilida de aluminiu este obținută din amestecul de reacție rezultat din reacția de alchilare a anilinei și *o*-toluidinei cu etilena cu o soluție apoasă de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ 0,13%, iar extracția compușilor organici se face cu toluen. Instalația este alcătuită dintr-un reactor de hidroliză discontinuu (1), fără agitare, prevăzut cu duze pulverizatoare speciale (6) și o conductă de preaplin.

Revendicări: 2
Figuri: 1



Invenția se referă la un procedeu și o instalație de hidroliză a anilidei de aluminiu, în scopul îndepărtării aluminiului conținut în anilida de aluminiu din amestecul de reacție rezultat în urma reacției de alchilare a anilinei și o-toluidinei cu etilena, pentru obținerea 2,6-dietilanilinei și 2-etil-6-metilanilinei în prezența anilidei de aluminiu drept catalizator.

Se cunoaște un procedeu conform căruia hidroliza anilidei de aluminiu se desfășoară în soluție amoniacală, iar pentru a ușura separarea fazelor și a extrage din apă compușii organici se introduce toluen. Hidroliza se desfășoară într-un vas cu agitare în care se introduc continuu amestecul de reacție, soluția amoniacală, apa și toluenul, după care se trimit la separat fazele într-un vas de separare; faza organică este constituită de stratul superior, iar faza apoasă în care este constituită din stratul superior, iar faza apoasă în care este conținut hidroxidul de aluminiu rezultat în urma reacției de hidroliză este constituită de stratul inferior.

Este cunoscută o instalație de hidroliză continuă a anilidei de aluminiu care se compune dintr-o pompă dozatoare cu trei capete pentru alimentare cu masă de reacție, toluen și soluție amoniacală, vas de hidroliză cu agitare, decantor continuu de separare a fazelor și filtru de recuperare a hidroxidului de aluminiu.

Dezavantajul acestui procedeu de hidroliză a anilidei de aluminiu în soluție amoniacală îl constituie faptul că vasul de separare se alimentează continuu, fapt care conduce la antrenarea particulelor sferice de fază organică în stratul apos care este evacuat continuu printr-o lîră de închidere hidraulică, rezultând pierderi de produs util. De asemenea, amoniacul folosit este un gaz lichefiat, toxic și greu de manipulat. Productivitatea instalației este limitată de volumul decanterului continuu care trebuie să asigure un timp de separare corespunzător.

Problema tehnică, pe care o rezolvă invenția, constă în eliminarea pierderilor de produse organice utile, eliminarea folosirii amoniacului și mărirea cantității de masă de reacție care este hidrolizată zilnic, cât și găsirea condițiilor optime pentru atingerea scopului propus.

Procedeul, conform invenției, înlătură dezavantajele arătate mai sus, prin aceea că reacționează amestecul de reacție de la prepararea 2,6-dietilanilinei și 2-etil-6-metilanilinei cu o soluție apoasă de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ de concentrație 0,13%, iar extracția produselor organice din apă se realizează cu toluen în proporție de 1:2 față de masa de reacție, raportul între apă și masa de reacție este de 2:1; instalația conține un reactor de hidroliză discontinuu 1, fără agitare, prevăzut cu duze pulverizatoare speciale 6 și o conductă de preaplin 2.

Procedeul și instalația de hidroliză a anilidei de aluminiu, conform prezentei invenții, prezintă următoarele avantaje:

- înlăturarea folosirii amoniacului care este toxic și greu de manipulat;
- mărirea productivității instalației de hidroliză, deoarece, pe reactorul de hidroliză discontinuu se pot hidroliza zilnic 4 șarje de masă de reacției a 2,5 t/șarjă, iar pe instalația continuă se hidrolizau maximum 3 șarje a 2,5 t/șarjă;

- eliminarea totală a pierderilor de produse organice la separarea fazelor prin asigurarea unui timp de staționare corespunzător particulelor de fază organică.

Instalația se compune dintr-un reactor de hidroliză 1, o conductă de preaplin 2, un vas de stocare toluen 3, o pompă centrifugă de alimentare cu toluen 4, o pompă centrifugă de recirculare 5 și niște duze pulverizatoare 6.

Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a procedurii cu ajutorul instalației, conform invenției, și a figurii în care este prezentată schema instalației pentru hidroliza anilidei de aluminiu.

În reactorul de hidroliză 1 se introduce o cantitate de 5 t apă până la nivelul conductei de preaplin 2, după care se adaugă 6 kg de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ sub formă de pulbere și apoi din vasul 3 cu ajutorul pompei 4 de introduc 1,5 t toluen. Se pornește pompa 5 pe recirculare din vasul 1 și se începe descărcarea a 2,5 t masă de reacție din reactorul de alchilare. 50

Pentru a asigura o amestecare intimă între apă și masa de reacție, reactorul de hidroliză este prevăzut cu un sistem de duze pulverizatoare speciale 6, atât pentru apă, cât și pentru masa de reacție.

După descărcarea întregii cantități de masă de reacție se oprește pompa 5 și se lasă în repaus vasul 1, timp de 3 h pentru decantarea fazelor. 55

Faza organică reprezentată de stratul superior 7 este colectată prin conducta de preaplin 2 cu ajutorul pompei 5 și trimisă într-un vas de depozitare, iar faza apoasă constituită din stratul inferior 8 este colectată la fundul vasului și trimisă la filtrare.

În urma reacției din exemplu se obțin 4 t de fază organică cu compoziția 62,5% 2,6-dietilanilină și 37,5% toluen. Reacția de hidroliză este totală, în faza organică nu se mai regăsește anilidă de aluminiu. 60

Revendicări

1. Procedeu pentru hidroliza anilidei de aluminiu, caracterizat prin aceea că reacționează amestecul de reacție de la prepararea 2,6-dietilanilinei și 2-etil-6-metilanilinei cu o soluție apoasă de $\text{Ca}(\text{OH})_2$ de concentrație 0,13%, iar extracția produselor organice din apă se realizează cu toluen în proporție de 1:2 față de masa de reacție, raportul între apă și masa de reacție este de 2:1. 65

2. Instalația pentru hidroliza anilidei de aluminiu, caracterizată prin aceea că, conține un reactor de hidroliză discontinuu (1), fără agitare, prevăzut cu duze pulverizatoare speciale (6) și o conductă de preaplin (2). 70

Președintele comisiei de examinare: **chim. Gruia Amelia**
Examinator: **ing. Drăghici Alexandra**

