



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ OPIS PATENTOWY

Nr 36783

Instytut Syntezy Chemicznej*)

Gliwice, Polska

Kl.12 g, 1/01

MRP B01j 1100

Urządzenie do wytwarzania estrów

Udzielono patentu z mocą od dnia 26 maja 1953 r.

Znane są sposoby wytwarzania estrów z obiegowym usuwaniem wody, przy których unika się stosowania środków pochłaniających wodę. Polegają one na równoczesnym przeprowadzaniu estryfikacji i odpędzaniu wody powstałej w reakcji przy współudziale cieczy organicznej tworzącej z wodą azeotrop i stanowiącej czynnik obiegowy.

W znanych urządzeniach do przeprowadzania tych sposobów pary z naczynia reakcyjnego odprowadza się do chłodnicy, w której następuje zarówno skroplenie jak i dalsze schłodzenie skroplin. Schłodzone skropliny rozdzielają się w odstoju na dwie warstwy. Wodę usuwa się, a ciekły organiczny składnik azeotropu prowadzi się z powrotem bezpośrednio do naczynia reakcyjnego.

Przeprowadzanie estryfikacji z obiegowym odwadnianiem w znanych urządzeniach następcza liczne trudności. Do masy reakcyjnej wraz z organicznym składnikiem azeotropu powraca część wody rozpuszczonej w nim lub porwanej

przez niego mechanicznie. Powoduje to niekorzystny stan równowagi w naczyniu reakcyjnym. W znanych urządzeniach posiadających do skraplania i do ochładzania skroplin tylko jedną wspólną chłodnicę nie jest rzeczą możliwą osiągnięcie subtelnej regulacji ilości skroplin. Ilość ta winna być starannie indywidualnie dobrana do osiągnięcia jak najlepszych warunków, przy wytwarzaniu różnych estrów.

Nie jest też rzeczą możliwą równoczesne regulowanie stopnia schłodzenia cieczy, co jest ważne do dokładnego i szybkiego oddzielania wody. Skroplenie zbyt małej ilości oparów może pociągnąć za sobą niedostateczne odprowadzenie wody. Skroplenie zbyt dużej ilości par wiąże się z reguły ze złym ochłodzeniem skroplin, co powoduje niedostateczne wydzielenie wody z tych skroplin. Jedno i drugie powoduje przedłużenie czasu estryfikacji. Ponadto przy wytwarzaniu różnych estrów pary przeznaczone do skraplania mają różną temperaturę i różną zawartość ciepła, co tym bardziej utrudnia regulację ilości skroplin i stopnia ich ochłodzenia za pomocą jednej tylko chłodnicy. Zastosowanie innego

*) Właściciel patentu oświadczył, że twórcą wynalazku jest inż. mgr Bogdan Wolff.

ciśnienia niż atmosferyczne zwiększa wymi-
nion trudności. Z tego względu urządzenia z
obiegowym wydzielaniem wody stosowane są
dotychczas jedynie do pracy przy ciśnieniu
atmosferycznym, jakkolwiek specyficzne wa-
runki otrzymywania licznych estrów skłaniają
do stosowania ciśnienia niższego, a zwłaszcza
ciśnienia wyższego niż atmosferyczne.

Urządzenie według wynalazku przede wszy-
stkim różni się od urządzeń znanych tym, że
posiada dwie odrębne chłodnice, z których jed-
na służy do skraplania par, a druga do ochła-
dzania skroplin. Pierwszą z nich w dalszym
ciągu opisu nazywa się skraplaczem, a drugą
chłodnicą cieczy. Chłodnica cieczy w urządze-
niu według wynalazku jest stale wypełniona
cieczą dzięki temu, że odpływ z niej lub odpływ
poprzez inne elementy zespołu jest umieszczony
na poziomie wyższym niż szczyt chłodnicy.
Układ ten stanowiący również istotną cechę
urządzenia według wynalazku zapewnia, że
pary nie mogą dostać się do chłodnicy cieczy, a
zatem skraplanie ich zachodzi wyłącznie tylko
w skraplaczu. Umożliwia to niezależną i subtel-
ną regulację odbioru ciepła zarówno w skrap-
laczu jak i w chłodnicy cieczy drogą regulacji
ilości czynnika chłodzącego, na przykład wody
chłodzącej, doprowadzonego do każdej z tych
dwóch chłodnic.

Urządzenie według wynalazku posiada ko-
lumnę rektyfikacyjną dowolnej konstrukcji,
umieszczoną nad naczyniem reakcyjnym, przez
którą przechodzą pary. Do górnej części tej
kolumny poniżej poziomu spływu skroplin ze
skraplacza doprowadza się ciecz powrotną,
która ulega w kolumnie ostatecznemu odwo-
dzeniu w zetknięciu z parami i ścieka do na-
czynia reakcyjnego w stanie bezwodnym.

Okazało się rzeczą pożyteczną zastosowanie
podgrzewacza do podgrzewania cieczy powrot-
nej przed jej wejściem do kolumny rektyfika-
cyjnej, w celu wytworzenia lepszych warunków
rektyfikacji w tej kolumnie.

Ze względu na ekonomię ciepła, można w
urządzeniu według wynalazku zastosować wy-
mianę ciepła między gorącymi skroplinami a
cieczą powrotną. W tym celu ustawia się wy-
miennik ciepła pomiędzy skraplaczem a chłod-
nicą cieczy.

Urządzenie według wynalazku nadaje się do
estryfikacji różnych alkoholi różnymi kwasami
i pozwala w każdym przypadku na osiągnięcie
optymalnych warunków, w celu prowadzenia
estryfikacji w jak najkrótszym czasie z najwyż-
szą wydajnością.

Urządzenie według wynalazku nadaje się do
pracy pod dowolnym ciśnieniem. Przy zastoso-
waniu ciśnienia niższego, niż atmosferyczne,
wymaga ono połączenia między skraplaczem a
rurociągiem próżniowym poprzez dodatkową
chłodnicę. Prowadzenie estryfikacji pod ciśnie-
niem wyższym niż atmosferyczne, osiąga się
przez szczelne zamknięcie całego urządzenia.
Pożądane ciśnienie ustala się przez doprowa-
dzenie określonej ilości ciepła do naczynia re-
akcyjnego oraz przez odbiór określonej ilości
ciepła w skraplaczu.

Należy tu nadmienić, że praca pod ciśnieniem
zwiększonym jest korzystna przy wytwarzaniu
większości estrów o znaczeniu handlowym.

Urządzenie według wynalazku może pracować
zarówno w sposób okresowy jak i w sposób
ciągły. W przypadku wytwarzania estrów, przy
których stan równowagi osiąga się dostatecz-
nie szybko, można odprowadzać z naczynia re-
akcyjnego ester wysoko procentowy doprowa-
dzając w sposób ciągły alkohol i kwas do gór-
nej części kolumny. Zarówno przy pracy w
sposób okresowy jak i w sposób ciągły nieza-
leżnie od ciśnienia, przy którym się pracuje,
organiczny składnik azeotropowy powraca sa-
moczynnie do naczynia reakcyjnego.

Rysunek przedstawia schematycznie i przyk-
ładowo urządzenie według wynalazku. Naczy-
nie reakcyjne 1, zaopatrzone w węzownicę
grzejną 2 posiada kolumnę rektyfikacyjną 3 ze
skraplaczem 4. Skropliny ze skraplacza są skier-
owane przez wymiennik ciepła 5 do chłodnicy
wodnej 6, a następnie do odstajnika 7, w któ-
rym następuje rozdział cieczy przez rozdziele-
nie na warstwy. Dolną warstwę wodną odpro-
wadza się z urządzenia, a zbierająca się górna
warstwa organicznego składnika azeotropowego
powraca do kolumny rektyfikacyjnej przez wy-
miennik ciepła 5 i przez dodatkowy podgrze-
wacz parowy 8. Dopływ organicznego składnika
azeotropowego jest umieszczony w górnej części
kolumny rektyfikacyjnej 3 poniżej miejsca
spływu skroplin ze skraplacza 4, jednakże po-
wyżej chłodnicy wodnej 6, która dzięki temu
jest stale zalana cieczą. Również wymiennik
ciepła 5 oraz podgrzewacz 8 leżą poniżej tego
punktu dopływu. Gotowy ester odprowadza się
z naczynia reakcyjnego 1 za pomocą króćca 9
składniki zaś reakcji wprowadza się na szczyt
kolumny za pomocą pompy zasilającej 10.
Chłodnica 11 służy w przypadku łączenia urzą-
dzenia z rurociągiem próżniowym do pracy pod
ciśnieniem niższym niż atmosferycznym.

Zastrzeżenia patentowe

1. Urządzenie do wytwarzania estrów, z obiegowym, usuwaniem wody, nadające się do pracy w sposób okresowy lub ciągły, zwłaszcza pod ciśnieniem wyższym od atmosferycznego, znamienne tym, że posiada oddzielnie skraplacz do skraplania par uchodzących z reaktora oraz chłodnicę do ochładzania skroplin, przy czym dopływ organicznego składnika azeotropowego, jako cieczy powrotnej

do reaktora jest umieszczony na poziomie wyższym niż szczyt chłodnicy do ochładzania skroplin, aby chłodnica ta była stale zapełniona cieczą.

2. Urządzenie według zastrz. 1, znamienne tym, że posiada kolumnę rektyfikacyjną służącą do odprowadzania par z naczynia reakcyjnego i doprowadzania cieczy powrotnej do tego naczynia.

Instytut Syntezy Chemicznej

