



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

212 944

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 02 06 80
(21) PV 3874-80

(51) Int. Cl.³ C 07 C 43/06

(40) Zveřejněno 31 08 81
(45) Vydáno 01 01 84

(75) Autor vynálezu
HUML MIROSLAV ing.CSc., MOST
KUBIČKA RUDOLF doc.ing.CSc.
GRUND MIROSLAV ing.
VEPŘEK JAROSLAV ing., LITVÍNŮV

(54) Způsob výroby technického dietyléteru

1

Vynález se týká způsobu výroby technického dietyléteru z produktu přímé hydratace etylénu vodní párou, která je katalyzována kyselinou fosforečnou, nanesenou na silikagelu nebo křemelině. Produktem této reakce je lihovodný kondenzát, obsahující obvykle 5 až 25 % obj. etanolu a řadu nečistot, které vznikly vedlejšími nebo následnými reakcemi. Jednou z nejvýznamnějších nečistot je dietyléter, vznikající v takovém množství, že je ekonomiky výhodné jej získávat.

Syntetický etanol se obvykle zpracovává tak, že v prvním destilačním stupni jsou extraktivní destilací s vodou odděleny od etanolu nečistoty, mezi nimi i dietyléter, ve formě destilátu. V dalším stupni je z tohoto meziproductu oddělen destilací koncentrát dietyléteru a destilační zbytek odéterovací kolony slouží k výrobě technického etanolu horší kvality. Koncentrát dietyléteru získaný v odéterovací koloně může sloužit jako surovina pro výrobu éteru v kvalitě odpovídající obchodním jakostním normám.

Jednodušším způsobem zpracování syntetického etanolu je oddestilování etanolu spolu s nečistotami prostou rektifikací v prvním destilačním stupni, kde se jako destilát získá surový technický etanol, který se pak v dalším destilačním stupni zbavuje éteru. Jako destilát se získá opět koncentrát dietyléteru, vhodný pro zpracování na technicky použitelný produkt.

Hlavními nečistotami, které koncentrát dietyléteru získaný jedním z uvedených způsobů obsahuje, jsou acetaldehyd, etanol a voda. Zatímco etanol lze od dietyléteru oddělit poměrně snadno účinnou destilací, není tento postup postačující u acetaldehydu a vody, protože obě látky tvoří s dietyléterm azeotropické směsi.

Rafinaci dietyléteru od acetaldehydu lze provádět další extraktivní destilací s vodou a následnou vypírkou chemicky aktivním činidlem. Odstranění vody, která se v éteru rozpouští v koncentraci cca 1,3 % hm., je možné perkolační éteru vrstvou pevného NaOH, molekulového síta apod. Popsaný klasický způsob rafinace dietyléteru je značně komplikovaný a mimo jiné vede ke vzniku odpadních látek a znečištěných vod.

Bylo také zjištěno, že technický dietyléter z produktů přímé hydratace etylénu lze vyrobit z koncentráту dietyléteru, odděleného destilací od etanolu a rafinovaného za použití vodíku a aktivního katalyzátoru, jehož účinnou složkou je nikl nanesený na nosiči nebo samotný aktivní nikl.

Nyní byl nalezen nový, účinnější způsob, spočívající v tom, že se koncentrát dietyléteru s obsahem nejméně 70 % hm. dietyléteru rafinuje za přítomnosti aktivního katalyzátoru obsahujícího nikl, výhodně Raneyova niklu, při teplotě nejvýše 160 °C, výhodně 60 až 120 °C a tlaku nejvýše 3,0 MPa, s výhodou 0,4 až 2,0 MPa, a produkt hydrogenační rafinace se v následujícím redestilačním stupni dělí na technický dietyléter a koncentrát etanolu, přičemž v tomto destilačním stupni se popřípadě jako boční odtah mezi místem přívodu nástřiku a místem odběru destilátu odtahuje dietyléter se sníženým obsahem vody.

Eventuální pokles aktivity katalyzátoru lze s výhodou obnovovat přidávkou alkálií do proudu koncentráту dietyléteru vstupujícího do hydrogenace. Produkt hydrogenační rafinace se v následném redestilačním stupni dělí na technický dietyléter a koncentrát etanolu. Destilát - technický dietyléter - je finálním produktem vyhovujícím obchodním jakostním normám, zatímco koncentrát etanolu ze spodku destilační kolony se vrací navstoup do destilace lihovodného kondenzátu. Při tomto uspořádání eventuální přídávky alkálií do hydrogenačního reaktoru nevedí při dalším zpracování produktu.

Dále bylo zjištěno, že odvodnění dietyléteru lze dosáhnout vhodným uspořádáním redestilace tak, že se finální produkt odtahuje jako boční odtah mezi místem přívodu nástřiku a místem odběru hlavového destilátu. Získá se tak technický dietyléter se sníženým obsahem vody a není pak již třeba zařazovat jeho další sušení. V případě odběru bočního odtahu ze stupně redestilace hydrogenovaného éteru se může hlavový destilát tohoto stupně vracet alespoň částečně do destilačního stupně přípravy koncentráту dietyléteru před jeho hydrogenační rafinací.

Uspořádání příkladové technologické linky výroby technického dietyléteru podle vynálezu je znázorněno na obr. 1. Popsána je výroba dietyléteru z koncentráту získaného

při výrobě syntetického etanolu bez zařazení extraktivní destilace, stejně však lze výrobu dietyléteru podle vynálezu aplikovat v případě využívání této extraktivní destilace k rafinaci etanolu. Technologická linka výroby technického dietyléteru v uvedeném uspořádání obsahuje tyto stupně:

- rektifikaci produktu přímé hydratace etylénu v koloně 21,
- odéterování syntetického etanolu v koloně 22,
- hydrogenační rafinaci koncentráту dietyléteru v reaktoru 31,
- redestilaci hydrogenovaného éteru v koloně 23.

Reakční produkt přímé hydratace etylénu se do technologické linky přivádí potrubím 1. Jako destilát rektifikační kolony 21 se odvádí syntetický etanol, obsahující dietyléter, potrubím 2, na hlavu kolony se vrací zpětný tok potrubím 3 a ze spodku se odvádí odpadní voda potrubím 4. Syntetický etanol obsahující dietyléter se nastříkuje na odéterovací kolonu 22, do nástřiku se popřípadě přidává recyklovaný vlhký dietyléter z redestilace hydrogenovaného éteru potrubím 17. Jako destilát odéterovací kolony se odebírá koncentrát dietyléteru potrubím 5, na hlavu kolony se vrací zpětný tok potrubím 6, destilačním zbytkem je odéterovaný syntetický etanol, odváděný potrubím 7.

Koncentrát dietyléteru se zavádí do reaktoru 31, kde je podroben hydrogenační rafinaci pomocí vodíku přiváděného potrubím 8. Rafinovaný dietyléter se potrubím 9 nastříkuje do kolony redestilace éteru 23, kde se technický dietyléter oddestiluje od destilačního zbytku, tj. koncentráту etanolu, odváděného potrubím 15. Jako destilát se z horní části kolony 23 odebírá vlhký dietyléter potrubím 10, na hlavu kolony se vrací zpětný tok potrubím 11. Jako boční odtah se z redestilační kolony odebírá dietyléter se sníženým obsahem vody potrubím 12. Vlhký dietyléter, odebíraný jako destilát redestilační kolony 23, lze v zájmu zvýšení výtěžku produktu se sníženým obsahem vody vracet potrubím 13 buď do nástřiku odéterovací kolony 22 (potrubí 17), nebo do nástřiku rektifikační kolony 21 (potrubí 14), kam se rovněž vrací zbytek z redestilační kolony potrubím 16.

Příklad

Na 7. teoretické patro redestilační kolony hydrogenovaného dietyléteru se nastříkuje je směs obsahující:

- 91,09 % hm. dietyléteru,
- 7,92 % hm. etanolu,
- 0,99 % hm. vody.

Kolona má 11 teoretických pater a pracuje s refluxním poměrem 1,5. Destilát kolony obsahuje:

- 98,30 % hm. dietyléteru,
- 0,73 % hm. etanolu,
- 0,97 % hm. vody.

Poměr molárních průtoků kapaliny a páry na patrech nad nástřikem do kolony je roven 0,6, pracovní tlak 0,2 MPa.

Při zachování stejného poměru molárních průtoků kapaliny a páry na patrech kolony mezi nástřikem a místem bočního odběru kapalného produktu se provede destilace podle vynálezu. Kolona má 11 teoretických pater, nástřik o stejném složení se přivádí na 9. patro a boční odtah v kapalně fázi se odebírá na výstupu ze 2. teoretického patra. Poměr hmotových průtoků destilátu a bočního odtahu je 5 : 4. Oba produkty mají pak toto složení:

	destilát	boční odtah
dietyléter	99,22 % hm.	98,59 % hm.
etanol	0,36 % hm.	0,98 % hm.
voda	1,42 % hm.	0,43 % hm.

P R E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob výroby technického dietyléteru z produktů přímé hydratace etylénu, při němž se koncentrát dietyléteru, oddělený destilací od etanolu a obsahující nejméně 70 % hmot. dietyléteru, rafinuje hydrogenací za použití vodíku a aktivního katalyzátoru, s výhodou katalyzátoru, jehož aktivní složkou je nikl nanesený na nosiči nebo/a samotný aktivní nikl, při teplotě nejvýše 160 °C a tlaku nejvýše 3,0 MPa, vyznačený tím, že se produkt hydrogenační rafinace v následujícím redestilačním stupni dělí na technický dietyléter a koncentrát etanolu, přičemž se v tomto destilačním stupni popřípadě jako boční odtah mezi místem přívodu nástřiku a místem odběru destilátu odtahuje dietyléter se sníženým obsahem vody.
2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že se při odběru bočního odtahu ze stupně redestilace hydrogenovaného éteru destilát tohoto stupně zčásti vrací do destilačních stupňů přípravy koncentráту dietyléteru před jeho hydrogenační rafinací.
3. Způsob podle bodů 1 a 2, vyznačený tím, že se do proudu koncentráту dietyléteru vstupujícího do hydrogenace dávkuje alkálie.

