



(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: **98-01130**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **01.07.1998**

(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:
30.11.2004 BOPI nr. **11/2004**

(56) Documente din stadiul tehnicii:
GB 1002269; EP 785182

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

(71) Solicitant: **S.C. "VIROMET" S.A., VICTORIA, RO**

(73) Titular: **S.C. "VIROMET" S.A., VICTORIA, RO**

(72) Inventatori: **IONESCU NICULINA, VICTORIA, RO**

(74) Mandatar:

(54) **PROCEDEU DE PURIFICARE A METILALULUI**

(57) **Rezumat:** Prezenta invenție se referă la un procedeu de purificare a metilalului dintr-un amestec, care constă în aceea că amestecul este trecut peste un anionit puternic bazic sau un cationit

puternic acid, introdus într-o coloană de schimb ionic, anionitul sau cationitul fiind regenerați termic prin încălzire.

Revendicări: 1

RO 119462 B1



Prezenta invenție se referă la un procedeu de purificare a metilalului dintr-un amestec, metilalul rezultat fiind utilizat în industria chimică

Metilalul este cunoscut și sub denumirea de dimetoximetan.

Se cunoaște un procedeu de obținere a metilalului, care constă în aceea că o soluție apoasă de formaldehidă și metanol este acetalizată în prezența unei rășini puternic schimbătoare de ioni drept catalizator și metilalul format este îndepărtat în mod continuu din amestecul de reacție, metanolul și formaldehida fiind prezente în amestec în principal în proporțiile necesare teoretic (**GB 1002269**).

De asemenea, se cunoaște un procedeu de purificare a metilalului care constă în aceea că un amestec gazos de metilal conținând apă și metanol este adus în contracurent gaz-lichid cu poliachil glicol sau un derivat al acestuia, în scopul îndepărtării apei și metanolului (**EP 785182**).

Procedeele cunoscute prezintă următoarele dezavantaje:

- cuprind multe faze de extracție-distilare, sunt laborioase și de lungă durată;
- cantitatea de metilal purificată este mică;
- instalația pentru realizarea procedurii este complexă;
- prețul produsului rezultat este mare datorită consumurilor termice, de materii prime și a duratei de lucru.

Problema pe care o rezolvă invenția este purificarea metilalului printr-un procedeu simplu și economic.

Procedeu conform invenției de purificare a metilalului dintr-un amestec, constă în aceea că amestecul conținând 91,54 % metilal, 8,10% metanol, 0,27% apă și 0,09% formiat de metil este trecut peste un anionit puternic bazic, forma Cl^- , sau un cationit puternic acid, forma H^+ , uscat, cu umiditatea de până la 0,3%, introdus într-o coloană de schimb ionic, la un volum amestec/anionit=2/1, timp de trecere 30...40 min, rezultând metilal sub forma unui amestec care conține 97,22% metilal, 2,59% metanol, 0,12% apă și 0,07% formiat de metil în cazul purificării cu anionit sau 98,17% metilal, 1,60% metanol, 0,12 apă și 0,10% formiat de metil, în cazul purificării cu cationit, anionitul sau cationitul fiind regenerați termic prin încălzire timp de 3 h la 80...100°C.

Procedeu conform invenției prezintă următoarele avantaje:

- durata totală a procesului de purificare este scurtă, 3...4 h;
- instalația pentru realizarea procedurii este simplă, fiind formată dintr-un filtru anionic sau cationic cu posibilități de încălzire (tip manta sau suflanta cu aer cald), un condensator și un vas colector pentru recuperarea amestecului metilal-metanol și utilizarea lui la faza de sinteză;
- cantitatea de metilal purificată într-un ciclu, este cel puțin dublă față de cantitatea obținută prin celelalte procedee;
- întreținerea și exploatarea instalației este simplă;
- pierderile de materii prime sunt limitate, iar prețul de producție este mic.

Se dau în continuare 2 exemple de realizare a procedurii, conform invenției.

Exemplul 1. Într-o coloană de schimb ionic, din sticlă, cu lungimea de 400 mm și diametru de 50 mm, se introduc 100 ml anionit puternic bazic, forma Cl^- , Purolite A 400, cu structură poliachilică, uscat la 105°C, până la o umiditate de maximum 0,3%. Peste anionit se trec 200 ml amestec metional având următoarea compoziție: 91,54 % metilal, 8,10% metanol, 0,27% apă și 0,09% formiat de metil, timp de 30...40 min. Metilalul purificat, sub forma unui amestec, are următoarea compoziție: 97,22% metilal, 2,59% metanol, 0,12% apă și 0,07% formiat de metil. Volumul de metilal rezultat este de 180 ml, restul de 20 ml reprezintă un amestec de metanol/metilal de aproximativ 1/1, care se va recupera în proporție de 65% în procesul de regenerare termică a anionitului care se realizează cu aer cald la 80...100°C.

Numărul de volume de metilal purificat cu un volum anionit este dependent de concentrația finală a metilalului și este prezentat în tabelul 1.

Tabelul 1

Concentrație metilal, %	98	97	96	95	94	93
nr. volume metilal/volum anionit	1,5	2	3	4	5	6

55

Dacă concentrația inițială a metilalului este mai mare, pentru aceeași concentrație finală, se mărește numărul de volume tratate cu un volum de anionit sau pentru același număr de volume tratate cu un volum de anionit, crește concentrația finală a anionitului.

Exemplul 2. Într-o coloană de schimb ionic ca în exemplul 1, se introduc 100 ml cationit puternic acid, cu structură stiren-divinilbenzenică, forma H^+ , tip Purolite C 100, uscat la $105^\circ C$, până la o umiditate de maximum 0,3%. Peste cationit se trec 200 ml amestec de metilal având următoarea compoziție: 91,54 % metilal, 8,10% metanol, 0,27% apă și 0,09% formiat de metil, timp de 30...40 min. Metilalul purificat, sub forma unui amestec, are următoarea compoziție: 98,17% metilal, 1,60% metanol, 0,12 apă și 0,10% formiat de metil. Cationitul este regenerat termic prin încălzire timp de 3 h la $80...100^\circ C$.

60

65

Numărul de volume de metilal purificat cu un volum cationit este dependent de concentrația finală a metilalului și este prezentat în tabelul 2.

Tabelul 2

Concentrație metilal, %	98,92	98	97	96	95	94
nr. volume metilal/volum cationit	1	2	3	4	5	6

70

Dacă concentrația inițială a metilalului este mai mare de 92%, pentru aceeași concentrație finală, se mărește numărul de volume tratate cu un volum de cationit sau pentru același număr de volume tratate cu un volum de cationit, crește concentrația finală a metilalului.

75

Revendicare

80

Procedeu de purificare a metilalului dintr-un amestec, **caracterizat prin aceea că** amestecul conținând 91,54 % metilal, 8,10% metanol, 0,27% apă și 0,09% formiat de metil este trecut peste un anionit puternic bazic, forma Cl^- , sau un cationit puternic acid, forma H^+ , uscat, cu umiditatea de până la 0,3%, introdus într-o coloană de schimb ionic, la un volum amestec/anionit=2/1, timp de trecere 30...40 min, rezultând metilal purificat sub forma unui amestec care conține 97,22% metilal, 2,59% metanol, 0,12% apă și 0,07% formiat de metil în cazul purificării cu anionit sau 98,17% metilal, 1,60% metanol, 0,12 apă și 0,10% formiat de metil în cazul purificării cu cationit, anionitul sau cationitul fiind regenerați termic prin încălzire timp de 3 h la $80...100^\circ C$.

85

Președintele comisiei de examinare: **ing. Crețu Adina**

Examinator: **ing. Bondar Daniela**

