

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

99257

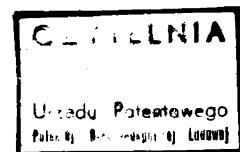
Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 16.12.75 (P. 185634)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 04.07.77

Opis patentowy opublikowano: 15.02.1979



Int. Cl.²
C07C 47/02

Twórcy wynalazku: Andrzej Kwiatkiewicz, Roman Jurczak, Dionizy Uchański, Edmund Boiński, Adolf Piwowarczyk

Uprawniony z patentu: Zakłady Chemiczne „Oświęcim”, Oświęcim (Polska)

Sposób odzyskiwania aldehydu n-masłowego z wodoru odpadowego po procesie uwodornienia aldehydu krotonowego do aldehydu n-masłowego w fazie ciekłej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób odzyskiwania aldehydu n-masłowego z wodoru odpadowego po procesie uwodornienia aldehydu krotonowego do aldehydu n-masłowego w fazie ciekłej, który to proces jest jednym z etapów technologii otrzymywania 2-etyloheksanolu z aldehydu octowego.

Wodór odpadowy po procesie uwodornienia, mimo przejścia przez kondensatory wodne i solankowe, zawiera śladowe ilości wyższych aldehydów i węglowodorów nienasyconych oraz znaczne ilości par aldehydu n-masłowego, dochodzące do 60 g/Nm³.

Najbardziej znanym i powszechnie stosowanym sposobem odzyskiwania aldehydu n-masłowego z wodoru odpadowego po procesie uwodornienia aldehydu krotonowego do aldehydu n-masłowego w fazie ciekłej jest sposób, który polega na tym, że po wkropleniu podstawowych ilości aldehydu n-masłowego, aldehydu krotonowego, butanolu i wody w układzie kondensatorów wodnych i solankowych, wodór zawierający około 60 g aldehydu n-masłowego w 1 Nm³ kieruje się do skrubera wypełnionego pierścieniami Raschiga, który zrasza się produktami odpadowymi powstającymi w końcowym etapie produkcji 2-etyloheksanolu, a które stanowią wysokowrzącą frakcję wyższych alkoholi, estrów, aldehydów zawierających od 8 do 16 atomów węgla w cząsteczce. Produkty te mają za zadanie absorbować aldehyd n-masłowy

2

z wodoru odpadowego wprowadzanego do skrubera w przeciwnym kierunku do absorbenta. Absorpcję prowadzi się w temperaturze około 0°C dla zmniejszenia prężności par aldehydu n-masłowego i dla poprawy stopnia absorpcji. Wodór odprowadzany ze szczytu skrubera o koncentracji około 80% objętościowych kierowany jest do kolektora gazu opałowego. Zawiera on jednak nadal około 50 g aldehydu w 1 Nm³, co w poważnym stopniu rzutuje na ekonomikę procesu wytwarzania 2-etyloheksanolu.

Celem wynalazku było opracowanie takiego sposobu, który by umożliwił całkowite odzyskanie aldehydu n-masłowego oraz dalsze wykorzystanie wodoru odpadowego do uwodornienia 2-etyloheksenal.

Istota wynalazku polega na przeprowadzeniu kondensacji zawartego w wodrze odpadowym łatwotopnego aldehydu n-masłowego na trudno topny 2-etyloheksenal przy pomocy rozcieńczonego wodnego roztworu wodorotlenku sodu lub potasu z równoczesnym skondensowaniem większości inercyjnych, takich jak wyższe aldehydy i węglowodory nienasycone i ich wydzielaniu po to, by wodór nadawał się do dalszego wykorzystania w procesie uwodornienia 2-etyloheksenal do 2-etyloheksanolu.

Sposób według wynalazku polega na tym, że na wodór odpadowy z procesu uwodornienia aldehydu krotonowego do aldehydu n-masłowego,

po przepuszczeniu go przez kondensatory wodne i solankowe, działa się około 6%-owym wodnym roztworem wodorotlenku sodu lub potasu oraz frakcją szczytową wydzielaną z reaktyfikacji alkoholi, zawierającą w swoim składzie etanol, aldehyd n-masłowy i butanol. Zawarty w wodorze lotny aldehyd n-masłowy ulega w obecności rozcieńczonego ługu kondensacji do trudnolotnego 2-etyloheksenal.

Dodatek frakcji organicznej znacznie poprawia rozpuszczalność niewielkiej ilości aldehydu n-masłowego niesionego w postaci par przez strumień wodoru w roztworze ługu sodowego lub potasowego i prowadzi do ilościowego jego przereagowania na 2-etyloheksenal.

Proces kondensacji prowadzi się w temperaturze około 100°C w kolumnie destylacyjnej ogrzewanej przeponowo parą wodną.

Wodór odpadowy podawany do dolnej części kolumny destylacyjnej, przedostając się na szczyt spotyka się z roztworem ługu. W warunkach tych wyższe aldehydy oraz związki nienasycone ulegają kondensacji na produkty wysokocząsteczkowe, odprowadzane razem z roztworem ługu dołem kolumny. Aldehyd n-masłowy rozpuszcza się w roztworze ługu nasyconego frakcją szczytową bogatą w etanol i ulega kondensacji na 2-etyloheksenal, który razem z wodorem, butanolem i etanolem odpływa szczytem kolumny do kondensatorów wodno-solankowych, gdzie następuje wkroplenie węglowodorów i wody.

Wodór pozbawiony większości inertów o koncentracji około 95% objętościowych kierowany jest do uwodornienia w fazie gazowej 2-etyloheksenal do 2-etyloheksanolu.

Ciecz zawierająca 2-etyloheksenal, butanol, etanol i wodę, spływa z kondensatorów do rozdzielacza oddzielającego wodę z rozpuszczonym w niej etanolem, która spływa na orosienie kolumny a część jej jest odprowadzana na zewnątrz dla usunięcia z układu nadmiaru etanolu, który przechodzi do warstwy wodnej. Warstwa górna składająca się z 2-etyloheksenal, butanolu i niewielkich ilości etanolu kierowana jest do uwodornienia według znanego sposobu na katalizatorze miedzio-niklowym.

Sposób według wynalazku umożliwia całkowite odzyskanie aldehydu n-masłowego z wodoru odpadowego oraz dalsze wykorzystanie wodoru odpadowego w procesie uwodornienia 2-etyloheksenal do 2-etyloheksanolu w fazie gazowej.

Przedmiot wynalazku jest bliżej określony w przykładzie postępowania w powiązaniu ze schematem technologicznym pokazanym na rysunku.

Przykład. Do kolumny destylacyjnej 1 przewodem 2 podawany jest wodór odpadowy po kondensatorach solankowych, wychodzący z uwodornienia aldehydu krotonowego do aldehydu n-masłowego w fazie ciekłej w ilości około 600 Nm³/godz. Wodór odpadowy zawiera aldehyd n-masłowy w ilości około 50 g/Nm³ oraz w ilościach śladowych cały szereg węglowodorów nienasyconych oraz aldehydów o łańcuchu prostym i rozgałęzionym, zawierających 5—8 atomów węgla w cząsteczce, koncentracja wodoru wynosi około

80% objętościowych. Kolumna destylacyjna składa się z dolnej części wypełnionej pierścieniami Raschiga oraz górnej, składającej się z półek dzwonekowych. Kolumna destylacyjna jest ogrzewana nagrzewnicą 3 przy pomocy pary wodnej, w kubie kolumny utrzymuje się temperaturę w granicach 100—102°C. Na szczyt kolumny przewodem 4 podawany jest 6%-owy wodny roztwór wodorotlenku sodu lub potasu w ilości 50 litrów/godzinę, oraz przewodem 15 frakcją szczytową bogatą w etanol w ilości 10 l/godz. pochodzącą z rektyfikacji alkoholi i mającą decydujący wpływ na przereagowanie śladowych ilości aldehydu n-masłowego zawartego w wodorze odpadowym na 2-etyloheksenal.

Wodór odpadowy podawany przewodem 2 w dolnej części kolumny, przedostając się na szczyt kolumny, spotyka się z roztworem ługu nasyconego frakcją szczytową bogatą w etanol. W warunkach tych wyższe aldehydy oraz związki organiczne nienasycone ulegają kondensacji na produkty wysokocząsteczkowe i w tej postaci są odprowadzane przewodem 5 razem z roztworem ługu z dołu kolumny do rozdzielacza 6 w ilości 45 l/godz., skąd warstwa górna w ilości około 0,05 l/godz. kierowana jest do zbiornika ścieków palnych przewodem 7 a warstwa dolna w ilości około 45 l/godzinę przewodem 8 do oczyszczalni ścieków. Aldehyd n-masłowy całkowicie ulega w kolumnie kondensacji na 2-etyloheksenal, który razem z wodorem, butanolem, etanolem i wodą odpływa szczytem kolumny, przewodem 9 do kondensatorów wodno-solankowych 10, gdzie następuje wykroplenie węglowodorów i wody.

Wodór w ilości około 600 Nm³/godz. pozbawiony większości inertów o koncentracji około 95% objętościowych, kierowany jest przewodem 11 do uwodornienia w fazie gazowej 2-etyloheksenal do 2-etyloheksanolu.

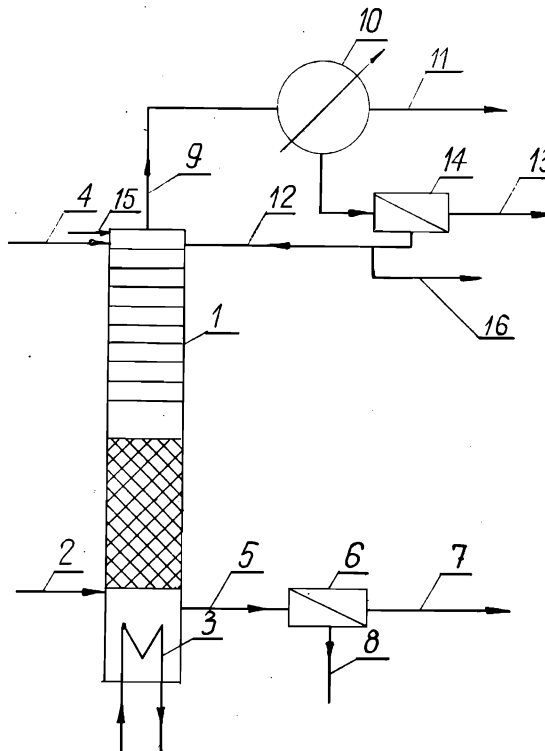
Ciecz z kondensatorów kieruje się do rozdzielacza 14, gdzie następuje rozwarstwienie, warstwa dolna składająca się z wody i rozpuszczonym w niej etanolem spływa przewodem 12 na orosienie kolumny a część jej w ilości około 10 litrów/godz. przewodem 16 jest odprowadzana na zewnątrz dla usunięcia z układu nadmiaru etanolu, który przechodzi do warstwy wodnej. Warstwa górna składająca się z 2-etyloheksenal i niewielkich ilości butanolu oraz etanolu kierowana jest przewodem 13 w ilości 40 l/godzinę do uwodornienia na 2-etyloheksanol według znanego sposobu na katalizatorze miedziowo-niklowym.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób odzyskiwania aldehydu n-masłowego z wodoru odpadowego po procesie uwodornienia aldehydu krotonowego do aldehydu n-masłowego w fazie ciekłej, **znamienny tym**, że na wodór odpadowy zawierający nienasycone węglowodory i aldehydy, głównie aldehyd n-masłowy, działa się w temperaturze około 100°C 6%-owym wodnym

roztworem wodorotlenku sodu lub potasu oraz frakcją lekkich węglowodorów bogatą w etanol, przez co aldehyd n-masłowy kondensuje do 2-etyloheksenu a wyższe aldehydy i węglowodory

nienasycone przechodzą w produkty wysokocząsteczkowe, które odprowadza się z układu do dalszej przeróbki a wodór pozbawiony inertów kieruje się do procesów uwodornienia.



ERRATA

łam 3, wiersz 30.

jest: gdzie następuje wkroplenie
powinno być: gdzie następuje wykroplenie

łam 3, wiersz 46.

jest: miedzio-niklowym.
powinno być: miedziowo-niklowym.

łam 4, wiersz 10, 11, 12.

jest: oraz przewodem 15 frakcją szczytową bogatą w etanol w ilości 10 l/godz. pochodzącą z rektyfikacji alkoholi i mającą decydujący wpływ
powinno być: oraz przewodem 15 frakcja szczytowa bogata w etanol w ilości 10 l/godz. pochodząca z rektyfikacji alkoholi i mająca decydujący wpływ