

PŘIHLÁŠKA VYNÁLEZU

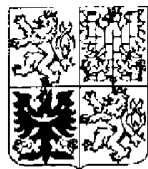
zveřejněná podle § 31 zákona č. 527/1990 Sb.

(21) Číslo dokumentu:

902-98

(19)

ČESKÁ
REPUBLIKA



ÚŘAD
PRŮMYSLVÉHO
VLASTNICTVÍ

(22) Přihlášeno: **25. 03. 98**

(40) Datum zveřejnění přihlášky vynálezu: **15. 09. 99**
(Věstník č. 9/99)

(13) Druh dokumentu: **A3**

(51) Int. Cl.⁶:

C 07 C 67/08
C 07 C 69/14

(71) Přihlášovatel:

CHEMOPETROL A. S., Litvínov, CZ;
SULZER CHEMTECH LTD., Winterthur, CH;

(72) Původce:

Kolena Jiří Ing. CSc., Litvínov, CZ;
Lederer Jaromír Ing. CSc., Teplice, CZ;
Macek Vladimír Ing., Litvínov, CZ;
Morávek Pavel Ing., Litvínov, CZ;
Hanika Jiří Prof. Ing., DrSc., Praha, CZ;
Smejkal Quido Ing., Ostrava, CZ;
Levering Willem, Winterthur, CH;
Bailer Oliver, Winterthur, CH;

(74) Zástupce:

Jirotková Ivana Ing., Nad Štolou 12, Praha
7, 17000;

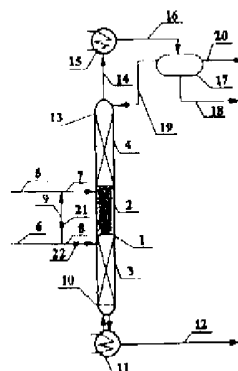
(54) Název přihlášky vynálezu:

**Způsob výroby butylacetátu a zařízení
k provádění tohoto způsobu**

(57) Anotace:

Způsob výroby butylacetátu esterifikací kyseliny octové butanolem při přítomnosti pevného kyselého katalyzátoru při současném destilačním oddělování složek, při němž se kyselina octová a butanol uvádějí v molárním poměru 1:1 až 1:10 v definovaném množství do systému, v němž reakce a destilační separace probíhá ve třech zónách, přičemž v reakční zóně probíhá reakce současně s destilační separací složek s rozdílnými body varu, v horní separační zóně a dolní separační zóně probíhá pouze destilační separace složek a to tak, že v horní separační zóně dochází k oddělení těkavé fáze, která se po ochlazení na 5 až 80°C rozděluje na vodní a organickou fázi, která se vrací do reakce jako reflux, přičemž poměr mezi nástřikem vstupních složek do reakce s refluxním tokem organické fáze je 1:1 až 1:20 a refluxní zpětný tok činí 60 až 100 % z celkového množství organické fáze a butylacetát se odděluje jako výševroucí patní složka, a zařízení k jeho provádění. Zařízení

k jeho provádění způsobu je tvořeno kolonou /1/ sestávající ze tří zón, přičemž reakční zóna /2/, umístěná ve střední části kolony /1/ obsahuje pevný katalyzátor, spodní separační zóna /3/ a horní separační zóna /4/ obsahují inertní sypané výplně, orientované výplně nebo destilační vestavby, na potrubí /5/ kyseliny octové je provedeno spojovacím potrubím /9/, které je opatřeno uzavírací a regulační armaturou /21/ spojovacího potrubí, napojení potrubí /6/ butanolu, nástřik /7/ ústí do reakční zóny /2/ nebo nad horní hranici této zóny, přičemž potrubí butanolu je opatřeno samostatným vstupem /8/ s uzavírací a regulační armaturou /22/ vstupu butanolu /12/, spodní část kolony /1/ je ukončena patou /10/ kolony, ta je opatřena vařákem /11/, odtah /12/ butylacetátu je vyveden z vařáku /11/ nebo paty /10/ kolony a horní část kolony /1/ je zakončena hlavou /13/, která je opatřena odvodem /14/ par destilátu do kondenzátoru /15/, k němuž je připojeno potrubí /16/ zkondenzovaného destilátu do děličky /17/, z níž je v dolní části vyvedeno potrubí /18/ vodní fáze destilátu, v horní části potrubí /19/ pro reflux a potrubí /20/ pro odvod nerefluxované organické části destilátu.



Způsob výroby butylacetátu a zařízení k ^{oddělení} provozování tohoto způsobu

Oblast techniky

Vynález se týká způsobu syntézy butylacetátu esterifikací kyseliny octové butanolem, který využívá destilace doprovázené chemickou reakcí v koloně, v níž kromě esterifikační reakce na katalyticky aktivní výplni dochází současně k rektifikační separaci reakčních produktů, a zařízení k provádění tohoto způsobu.

Dosavadní stav techniky

Butylacetát se připravuje reakcí butanolu a kyseliny octové, kterou vzniká vedle butylacetátu i voda. Reakce je rovnovážná a urychluje se přítomností kyselých katalyzátorů. Za tím účelem se používají převážně minerální kyseliny, zejména kyselina sírová, nebo, nověji, pevné kyselé katalyzátory. Těmito kyselými katalyzátory jsou hlavně kyselé iontoměniče (Eur.Pat. 066059, DE 3636754), popřípadě zeolity, nebo tzv. pevné superkyseliny.

Reakce se podle dosud známých postupů (Petrochémia 1985, 25,99) obvykle provádí tak, že v reaktoru se dosáhne téměř rovnovážného složení reakční směsi a vzniklá směs se rektifikuje na koloně tak, že je vydestilována směs o složení blízkém ternárnímu azeotropu butanol-butylacetát-voda. Pro oddestilování veškerého butylacetátu v této formě nestačí ovšem voda vznikající reakcí, takže je nutno do destilující směsi přidávat další vodu. Tím se zvětší objem odpadní vodné fáze, kterou je nutné návazně zpracovávat, což patří k nevýhodám dosud známých postupů. Velmi často bývají obě uvedené operace spojeny tak, že syntéza probíhá přímo ve vařáku destilační kolony. Oddělení vodné fáze heterogenního azeotropu od organické umožňuje následnou separaci butylacetátu od butanolu destilací této organické fáze v další rektifikační koloně, z níž se jako destilát odebírá směs obsahující butanol, zbytky rozpuštěné vody a menší část butylacetátu. Takto získaný hlavový produkt se recykluje, zatímco jako patní produkt se získává butylacetát v čistotě většinou do 98 % hmotn. Oddělení nezreagovaného butanolu od esteru je ovšem velmi náročné vzhledem k tomu, že se jedná o silně neideální směs, kde butanol, butylacetát a voda tvoří ternární azeotrop s minimální ^{teplo} ~~teplotou~~ bodem varu, kromě toho butanol s butylacetátem a butanol s vodou vytvářejí binární azeotropy. Z vodné fáze destilátu první kolony se pak pomocí další destilační kolony vydestiluje rozpuštěný butylacetát a butanol, a tato směs se vrací do procesu. Složitý způsob dělení reakčních složek esterifikace od sebe je hlavní nevýhodou těchto známých

postupů, které jako katalyzátor používají minerální kyseliny, k tomu ještě přistupují závažné korozní problémy.

Jiná varianta syntézy butylacetátu (CN 1107136A) využívá možnosti provedení reakce (v kolonovém reaktoru, který je naplněn iontoměničovým katalyzátorem umístěným ve dvou zónách. V hlavě kolony je umístěn parciální kondenzátor, na němž část par kondenzuje a bez rozdělení na vodnou a organickou fázi se vrací do horní reakční zóny, což má nepříznivý účinek na rovnováhu reakce. To je závažnou nevýhodou tohoto uspořádání. Páry destilátu, které nezkondenzují v parciálním kondenzátoru přímo v hlavě kolony, pak kondenzují ve vnějším kondenzátoru, kondenzát je po oddělení vody recyklován do nástřiku, čímž není řešen problém hromadění níževroucích nečistot v horní části kolony. Vznikající produkt se odvádí ze dna reaktoru. Dosažitelná čistota je podle uvedeného patentu pouze 95 až 98 % hmotn.

Podstata vynálezu

Způsob výroby butylacetátu esterifikací kyseliny octové butanolem za přítomnosti pevného kyselého katalyzátoru při současném destilačním oddělování složek spočívá podle vynálezu v tom, že kyselina octová a butanol se uvádějí v molárním poměru 1 : 1 až 1 : 10 v množství, vyjádřeném jako celkový průtok přiváděných vstupních složek, vztahený na jednotku objemu katalyzátoru, 0,1 až 10 h⁻¹, do systému, v němž reakce a destilační separace probíhá ve třech zónách, přičemž v reakční zóně probíhá reakce současně s destilační separací složek s rozdílnými ^{tepelnými} body varu, v horní separační zóně a dolní separační zóně probíhá pouze destilační separace složek, a to v horní separační zóně složek vytvářejících spolu ternární azeotrop s minimem ^{tepelné} body varu, těkavá směs těchto látek se po zchlazení na 5 až 80 °C rozděluje na vodnou a organickou fázi, organická fáze se vrací do horní separační zóny jako reflux, přičemž poměr mezi nástřikem vstupních složek do reakce a refluxním tokem organické fáze je 1 : 1 až 1 : 20 a refluxní zpětný tok činí 60 až 100 % z celkového množství vydělené organické fáze a butylacetát se odděluje jako výševroucí patní složka.

Způsob se provozuje tak, že kyselina octová a butanol se uvádějí jako směs do reakční zóny nebo do horní separační zóny systému. Způsob lze provozovat také tak, že se kyselina octová a butanol uvádějí do systému odděleně, přičemž kyselina octová se uvádí do reakční zóny nebo horní separační zóny a butanol se uvádí do reakční zóny nebo dolní separační zóny. A konečně lze způsob provozovat tak, že 1 až 99 % celkového množství butanolu se uvádí ve směsi s kyselinou octovou do reakční zóny nebo do horní separační zóny systému a 99 až 1 % vstupního butanolu se současně uvádí odděleně do reakční zóny nebo do dolní separační zóny systému.

Výhodné provedení tohoto způsobu probíhá při molárním poměru kyseliny octové k butanolu 1 : 1 až 1 : 1,3, průtoku přiváděných vstupních složek vztaženém na jednotku objemu katalyzátoru 0,5 až 5 h⁻¹, poměru mezi nástřikem vstupních složek do reakce a refluxním tokem organické fáze 1 : 2 až 1 : 7 a konečně refluxním zpětném toku 90 až 99 % z celkového množství vydělené organické fáze. Vstupní kyselina octová popřípadě vstupní směs kyseliny octové a butanolu může obsahovat také butylacetát a/nebo vodu. Takto je možno například nástřikovat částečně zreagovanou směs kyseliny octové a butanolu, která kromě nezreagované kyseliny octové a butanolu může obsahovat maximálně rovnovážnou koncentraci butylacetátu a vody.

Způsob podle vynálezu probíhá výhodně v zařízení, které je tvořeno kolonou sestávající ze tří zón, přičemž reakční zóna umístěná ve střední části kolony obsahuje pevný kyselý katalyzátor pevně fixovaný na destilačních patrech, nebo pevně fixovaný o sobě známými strukturami, které zajišťují dobrý kontakt mezi kapalnou fází a částicemi katalyzátoru a rovněž tak kontakt mezi kapalnou a parní fází při protiproudém pohybu těchto fází. Katalyzátor může být např. ^{klád} zabudován v orientované výplni s vnitřní kanálkovou strukturou tak, že je zafixován mezi dvěma vrstvami inertního porézního materiálu tvořícího strukturu výplně. Spodní separační zóna a horní separační zóna obsahují inertní orientované výplně, sypané výplně, nebo destilační vestavby, na potrubí kyseliny octové je provedeno spojovacím potrubím, které je opatřeno uzavírací a regulační armaturou spojovacího potrubí, napojení potrubí butanolu, nástřik ústí do reakční zóny nebo nad horní hranici této zóny, přičemž potrubí butanolu je opatřeno samostatným vstupem s uzavírací a regulační armaturou vstupu butanolu, spodní část kolony je ukončena patou kolony, která je opatřena vařákem, odtah butylacetátu je vyveden z vařáku nebo paty kolony, horní část kolony je zakončena hlavou, která je opatřena odvodem par destilátu do kondenzátoru, z něhož je vyvedeno potrubí zkondenzovaného destilátu do děličky, z níž je v dolní části vyvedeno potrubí vodné fáze destilátu, v horní části potrubí pro reflux a potrubí pro odvod nerefluxované organické části destilátu.

Zařízení lze uspořádat tak, že uzavírací a regulační armatura vstupu butanolu je uzavřena a uzavírací a regulační armatura spojovacího potrubí je otevřena, nebo tak, že uzavírací a regulační armatura vstupu butanolu je otevřena a uzavírací a regulační armatura spojovacího potrubí je uzavřena, nebo konečně tak, že obě uzavírací a regulační armatury jsou otevřeny.

Popsané propojení nástřikových potrubí umožňuje vedle samostatného nástřiku butanolu a kyseliny octové do různých míst zařízení i nástřikování butanolu, popřípadě jeho části ve směsi s kyselinou octovou do stejného místa v reakční zóně nebo horní separační zóně, zatímco další část butanolu se případně nástřikuje samostatným nástřikem do místa umístěného níže, než nástřik směsi

butanolu a kyseliny octové, do reakční zóny nebo spodní separační zóny. Stejného účinku lze dosáhnout separátní přípravou směsi kyseliny octové a butanolu pomocí některého známého typu mísicího zařízení, nástřikem této směsi do reakční zóny nebo horní separační zóny a případným nástřikem další části butanolu separátním proudem do reakční zóny nebo dolní separační zóny bez propojení obou nástřikových proudů.

Z uvedeného je zřejmé, že podstatou tohoto vynálezu je zjištění, že butylacetát lze výhodně a v dostačující kvalitě připravit postupem katalytické destilace v destilační koloně, sestávající z reakční zóny, která obsahuje pevný kyselý katalyzátor běžného typu, přičemž nad i pod reakční zónou jsou umístěny inertní zóny plnicí separační funkci. Tyto inertní zóny přispívají k dosažení optimálního koncentračního profilu výchozích i produktových složek podél destilační kolony, důsledkem čehož je dosažení maximální koncentrace reagujících složek v reakční zóně a následkem toho vysoké produktivity zařízení a optimálního využití katalyzátoru, rovněž tak dosažení vysoké kvality produktu. Bezvodý butylacetát odtahovaný z vařáku kolony má čistotu při optimálním provedení způsobu podle vynálezu vyšší než 99 % hmotn.

Přehled obrázků na výkrese

Na přiloženém výkrese je na obrázku znázorněno zařízení k provozování způsobu podle vynálezu, které je tvořeno kolonou 1 sestávající ze tří zón, přičemž reakční zóna 2, umístěná ve střední části kolony 1, obsahuje pevný katalyzátor, spodní separační zóna 3 a horní separační zóna 4 obsahují orientované výplně, inertní sypané výplně nebo destilační vestavby, na potrubí kyseliny octové 5 je provedeno spojovacím potrubím 9, která je opatřena uzavírací a regulační armaturou 21 napojení potrubí butanolu 6, nástřik 7 ústí do reakční zóny 2 nebo nad horní hranici této zóny, přičemž potrubí butanolu 6 je opatřeno samostatným vstupem 8 do reakční zóny 2 nebo nad tuto zónu, opatřeným uzavírací a regulační armaturou 22, spodní část kolony 1 je ukončena patou 10 kolony 10, ta je opatřena vařákem 11, ^{odtok 12} odtek butylacetátu 12 je vyveden z vařáku 11 nebo paty 10 kolony 10 a horní část kolony 1 je zakončena hlavou 13, která je opatřena odvodem 14 par destilátu 14 do kondenzátoru 15, k němuž je připojeno potrubí 16 zkondenzovaného destilátu 16 do děličky 17, z níž je v dolní části vyvedeno potrubí 18 vodné fáze destilátu 18, v horní části potrubí 19 pro reflux 19 a potrubí 20 pro odvod nerefluxované organické části destilátu 20.

V popsaném zařízení probíhá způsob podle vynálezu tak, že nástřik kyseliny octové 5 se uvádí do kolony 1 ve směsi s nástřikem butanolu 6 nástřikovým potrubím 7, nebo se mohou obě vstupní složky uvádět do kolony 1 odděleně, popřípadě lze část butanolu přidávat k nástřikované kyselině octové a směs nástřikovat potrubím 7, další část butanolu lze pak nástřikovat samostatně potrubím

8. K tomu účelu je vstupní potrubí ⁶butanolu ~~6~~ zavedeno buď do vstupního potrubí ⁵pro kyselinu octovou ~~5~~, nebo přímým vstupem 8 do reakčního ^{zóny}prostoru ²2, případně pod ^{740 zónu}tento prostor a obě alternativní cesty jsou odděleny uzavíracími a regulačními armaturami 21, 22. Butylacetát se odvádí odtažením ¹²butylacetátu ~~12~~ z vařáku 11, variantně též z paty ¹⁰kolony ~~10~~. Páry destilátu, obsahující reakční vodu, část butylacetátu a nezreagovaný butanol odcházejí z hlavy ¹³kolony ~~13~~ do kondenzátoru 15 a z něj se odvádí kondenzát do děličky 17, vodná fáze se odtahuje potrubím 18, organická fáze se refluxovým potrubím 19 úplně nebo zčásti vrací zpět do kolony 1 nad horní separační zónu 4. Část organických složek se může odvádět.

Příklady provedení vynálezu

Příklad 1.

Schematický nákres zařízení podle vynálezu je uveden na výkrese obr. 1. Atmosférická kontinuálně pracující reaktivně destilační kolona 1 byla rozdělena do tří zón. Střední část kolony 1 tvořila reakční zóna 2. Pod reakční zónou 2 byla spodní separační zóna 3 a nad reakční zónou 2 byla horní separační zóna 4. K patě kolony 10 byl připojen vařák 11, k hlavě kolony 13 byl připojen kondenzátor 15, k němuž byla dále připojena dělička 17.

Reakční zóna 2 byla naplněna katalyticky aktivní iontoměničovou výplní, obsahující 33 g kyselého iontoměniče. Ve spodní separační zóně 3 i v horní separační zóně 4 byla umístěna sypaná výplň (Berlova sedělka o průměru 4 mm). Délka separačních zón 3 a 4 činila 0,5 m.

Způsob výroby spočíval v tom, že nad reakční zónu 2 byl přiveden nástřík kyseliny octové 7 a pod reakční zónu nástřík butanolu 8. Obě uvedené výchozí látky byly přiváděny rychlostí 0,3 mol/h. Páry destilátu 14 odcházely z hlavy kolony 13 do kondenzátoru 15. Zkondenzovaný destilát 16 byl přiveden z kondenzátoru 15 do děličky 17. Vznikající reakční voda byla rychlostí 5g/h odtahována ve formě vodné fáze destilátu 18 z děličky 17, zatímco organická fáze destilovaného azeotropu byla vrácena jako reflux 19 do kolony 1. Surový butylacetát byl odváděn odtahem 12 butylacetátu 12 z vařáku 11 tak, že v něm byla udržována konstantní hladina. Konverze reakce v tomto uspořádání činila 92 %, odtah produktu 12 obsahoval 90,9 % hmotn. butylacetátu.

Příklad 2

Do zařízení popsaného v příkladu 1 byla nástříkovým proudem 7 nástříkována ekvimolární směs kyseliny octové a butanolu rychlostí 40,3 g/h a nástříkovým proudem 8 byl přiváděn butanol rychlostí 2,2 g/h pod reakční zónu. Odtahem 20 bylo odebiráno 5,5 g/h organické fáze destilátu. Z vařáku 11 bylo odtahováno 32 g/h produktu, obsahujícího 94,5 % hm. butylacetátu.

Příklad 3

Esterifikace butanolu kyselinou octovou byla prováděna v aparatuře, skládající se z vařáku 11 objemu 50 litrů a destilační kolony 1 opatřené kondenzátorem 15 a děličkou fází 16. Kolona 1 se skládala z reaktivní zóny 2 vyplněné orientovanou výplní KATAPAK® S obsahující 710 g kyselého iontoměniče v H⁺ formě. Spodní separační zóna 3 a horní separační zóna 4 byly shodně vyplněny

orientovanou výplní CY[®] o účinnosti 20 teoretických pater. Na rozhraní reaktoru^{čís} zóny 2 a horní separační zóny 4 byla nástřikovým potrubím 7 přiváděna v množství 1,21 kg/h směs, obsahující 43,3 % hmotn. kyseliny octové a 56,6 % hmotn. butanolu. Páry destilátu^{odváděné odváděm} 14, kondenzovaly v kondenzátoru 15, zkondenzovaný destilát^{odvedený potrubím} 16, měl teplotu 35 °C a byl v děličce 17 rozdělen na vodnou a organickou fázi. Vodná fáze se odtahovala 18, celý objem organické fáze byl vrácen na hlavu kolony 13^{potrubím} jako reflux 14. Z vařáku 11 byl jako odtah^{em} 12 odebírán butylacetát o čistotě 96,01 % hm. v množství 1,05 kg/h.

Příklad 4

Zařízení a postup provedení byly stejné, jako v příkladu 3. ^{nastřikovaný nástřikem} Nástřikový proud 7 obsahoval 14,16 % hmotn. kyseliny octové, 20,74 % hmotn. butanolu, 57,32 % hmotn. butylacetátu a 7,8 % hmotn. vody. ^R rychlost nástřiku byla 2,20 kg/h. Nástřik tohoto složení byl získán předchozím částečným zreagováním směsi kyseliny octové a butanolu při průchodu reaktorem konvenčního typu, plněného kyselým iontoměničem. Z vařáku 11 byl rychlostí 1,91 kg/h odtahován^{odtahem} 12 butylacetát o čistotě 99,4 % hmotn., obsahující 0,06 % hmotn. kyseliny octové a 0,25 % hmotn. butanolu.

Příklad 5

Do zařízení, popsaného v příkladu 3, byla ^{nástřikem 7} ~~nástřikovým proudem~~ nastřikována rychlostí 1,92 kg/h ^{nastřikem} směs, obsahující 15,1 % hmotn. kyseliny octové, 19,2 % hmotn. butanolu, 55,84 % hmotn. butylacetátu a 9,9 % hmotn. vody. Odtahem destilátu^{potrubím} 20 bylo odebíráno 0,0418 kg/h organické fáze destilátu. Z vařáku bylo odtahováno 1,62 kg/h butylacetátu o čistotě 99,5 % hmotn., v němž metodou plynové chromatografie nebyla zjištěna přítomnost kyseliny octové.

Příklad 6

Bylo použito stejné zařízení, jako v příkladech 3 až 5. ^{em} Nástřikovým proudem 7 byla rychlostí 2,80 kg/h nastřikována směs, obsahující 13,16 % hmotn. kyseliny octové, 21,58 % hmotn. butanolu, 56,52 % hmotn. butylacetátu a 8,72 % hmotn. vody. Odtahem destilátu 20 bylo odebíráno 0,0642 kg/h organické fáze destilátu. Z vařáku bylo odtahováno 2,39 kg/h butylacetátu o čistotě 99,2 % hmotn., v němž metodou plynové chromatografie nebyla zjištěna přítomnost kyseliny octové.

Příklad 7

Do zařízení stejné konstrukce, jako v příkladech 3 a 6, byla nástríkovým potrubím 7 nastříkována rychlostí 1,85 kg/h směs, obsahující 17,9 % hm. butanolu, 14,5 % hm. kyseliny octové, 58,4 % hm. butylacetátu a 9,1 % hm. vody. Současně bylo na rozhraní reakční zóny 2 a spodní separační zóny 3 nastříkováno potrubím 8 29,6 g/h butanolu. Tlak na hlavě kolony byl 0,06 MPa (600 mbar). Z vařáku kolony 11 bylo odtahováno 1,56 kg/h produktu, který obsahoval 99,3 % hm. butylacetátu, 0,5 % hm. kyseliny octové a 0,2 % hm. butanolu.

Průmyslová využitelnost

Vynález je využitelný v chemickém průmyslu. Produkt vyráběný podle vynálezu je vhodný jako rozpouštědlo zejména při výrobě a využití nátěrových hmot, nebo jako extrakční činidlo ve farmacii, biotechnologiích a dalších odvětvích.

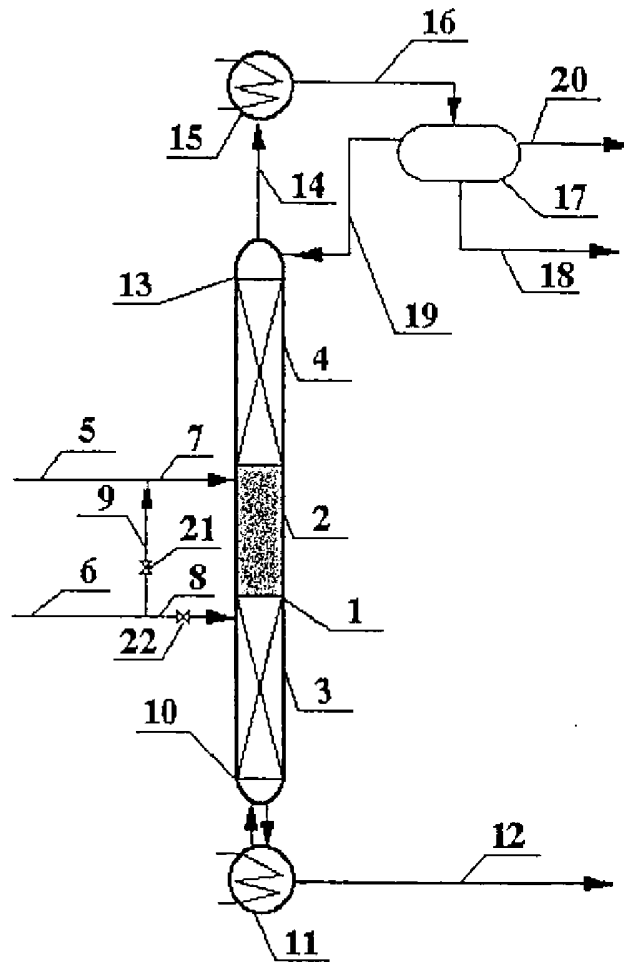
PATENTOVÉ NÁROKY

1. Způsob výroby butylacetátu esterifikací kyseliny octové butanolem za přítomnosti pevného kyselého katalyzátoru při současném destilačním oddělování složek, vyznačený tím, že kyselina octová a butanol se uvádějí v molárním poměru 1 : 1 až 1 : 10 v množství, vyjádřeném jako celkový průtok přiváděných vstupních složek, vztažený na jednotku objemu katalyzátoru, 0,1 až 10 h⁻¹, do systému, v němž reakce a destilační separace probíhá ve třech zónách, přičemž v reakční zóně probíhá reakce současně s destilační separací složek s rozdílnými ^{tepelnými} body varu, v horní separační zóně a dolní separační zóně probíhá destilační separace složek, a to tak, že v horní separační zóně dochází k oddělování těkavé frakce, která se po ochlazení na 5 až 80 °C rozděluje na vodnou a organickou fázi, která se vrací do reakce jako reflux, přičemž poměr mezi nástřikem vstupních složek do reakce a refluxním tokem organické fáze zpět do reakce je 1 : 1 až 1 : 20 a refluxní zpětný tok činí 60 až 100 % z celkového množství vydělené organické fáze a butylacetát se odděluje jako výševroucí patní složka.
2. Způsob podle nároku 1, vyznačený tím, že kyselina octová a butanol se uvádějí jako směs do reakční zóny nebo horní separační zóny systému.
3. Způsob podle nároku 1, vyznačený tím, že se kyselina octová a butanol uvádějí do systému odděleně, přičemž kyselina octová se uvádí do reakční zóny nebo horní separační zóny a butanol se uvádí do reakční zóny nebo dolní separační zóny.
4. Způsob podle nároku 1, vyznačený tím, že 1 až 99 % celkového množství vstupního butanolu se uvádí ve směsi s kyselinou octovou do reakční zóny nebo horní separační zóny systému a 99 až 1 % vstupního butanolu se současně uvádí odděleně do reakční zóny nebo ^{do} dolní separační zóny systému.
5. Způsob podle nároků 1 a 2 nebo 3 nebo 4, vyznačený tím, že kyselina octová a butanol se do systému uvádějí v molárním poměru 1 : 1 až 1 : 1,3.
6. Způsob podle nároků 1 až 5, vyznačený tím, že celkový průtok přiváděných vstupních složek, vztažený na jednotku objemu katalyzátoru, je 0,5 až 5 h⁻¹.
7. Způsob podle nároků 1 až 6, vyznačený tím, že poměr mezi nástřikem vstupních složek do reakce a refluxním tokem organické fáze zpět do reakce je 1 : 2 až 1 : 7.
8. Způsob podle nároků 1 až 7, vyznačený tím, že refluxní zpětný tok činí 90 až 99 % z celkového množství vydělené organické fáze.
9. Způsob podle nároků 1 až 8, vyznačený tím, že vstupní kyselina octová nebo vstupní směs kyseliny octové a butanolu obsahuje také butylacetát nebo/a vodu.

10. Zařízení k provádění způsobu podle nároků 1 až 8, vyznačené tím, že je tvořeno kolonou (1) sestávající ze tří zón, přičemž reakční zóna (2), umístěná ve střední části kolony (1), obsahuje pevný katalyzátor, spodní separační zóna (3) a horní separační zóna (4) obsahují inertní sypané výplně, orientované výplně nebo destilační vestavby, na potrubí kyseliny octové (5) je provedeno spojovacím potrubím (9), které je opatřeno uzavírací a regulační armaturou (21) spojovacího potrubí, (21) napojení potrubí butanolu (6), nástřik (7) ústí do reakční zóny (2) nebo nad horní hranici této zóny, přičemž potrubí butanolu (6) je opatřeno samostatným vstupem (8) s uzavírací a regulační armaturou (22) vstupu butanolu (22), spodní část kolony (1) je ukončena patou kolony (10), ta je opatřena vařákem (11), odtah butylacetátu (12) je vyveden z vařáku (11) nebo paty (10) kolony (10) a horní část kolony (1) je zakončena hlavou (13), která je opatřena odvodem par destilátu (14) do kondenzátoru (15), k němuž je připojeno potrubí zkondenzovaného destilátu (16) do děličky (17), z níž je v dolní části vyvedeno potrubí vodní fáze destilátu (18), v horní části potrubí (19) pro reflux (19) a potrubí (20) pro odvod nerefluxované organické části destilátu (20).
11. Zařízení podle nároků 10 až 12, vyznačené tím, že uzavírací a regulační armatura vstupu butanolu (22) je uzavřena a uzavírací a regulační armatura spojovacího potrubí (21) je otevřena.
12. Zařízení podle nároků 10 až 12, vyznačené tím, že uzavírací a regulační armatura vstupu butanolu (22) je otevřena a uzavírací a regulační armatura spojovacího potrubí (21) je uzavřena.
13. Zařízení podle nároků 10 až 12, vyznačené tím, že uzavírací a regulační armatura vstupu butanolu (22) je otevřena a uzavírací a regulační armatura uzavíracího potrubí (21) je rovněž otevřena.
14. Zařízení podle nároků 10 -13, vyznačené tím, že pevný kyselý katalyzátor je v reakční zóně (2) pevně fixován na destilačních patrech.
15. Zařízení podle nároků 10-13, vyznačené tím, že pevný kyselý katalyzátor je v reakční zóně (2) pevně fixován o sobě známými strukturami, které zajišťují dobrý kontakt mezi kapalnou fází a částicemi katalyzátoru a rovněž tak kontakt mezi kapalnou a parní fází při protiproudém pohybu těchto fází.

Seznam vztahových značek

- 1 - kolona
- 2 - reakční zóna
- 3 - spodní separační zóna
- 4 - horní separační zóna
- 5 - potrubí kyseliny octové
- 6 - potrubí butanolu
- 7 - nástřík
- 8 - samostatný vstup butanolu
- 9 - spojovací potrubí
- 10 - pata kolony
- 11 - vařák
- 12 - odtah butylacetátu
- 13 - hlava kolony
- 14 - odvod par destilátu
- 15 - kondenzátor
- 16 - potrubí zkondenzovaného kondenzátu
- 17 - dělička
- 18 - potrubí vodné fáze destilátu
- 19 - potrubí pro reflux
- 20 - odvod organické fáze destilátu
- 21 - uzavírací a regulační armatura spojovacího potrubí
- 22 - uzavírací a regulační armatura nástříku butanolu



Obr. 1

ROTT, RUŽICKA & GUTTMANN