



Patent dodatkowy
do patentu _____

Kl. 12o,12

Zgłoszono: 21.V.1969 (P 133 733)

Pierwszeństwo: _____

MKP C07c 69/14

Opublikowano: 15.V.1973

UKD

Współtwórcy wynalazku: Zbigniew Sadłowski, Jerzy Zawada, Zygmunt Wiese, Wacław Białek

Właściciel patentu: Zakłady Azotowe „Kędzierzyn”, Kędzierzyn (Polska)

Sposób wytwarzania octanu butylu metodą ciągłą

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania octanu butylu metodą ciągłą z butanolu i kwasu octowego.

Znany jest sposób produkcji octanu butylu z kwasu octowego i butanolu polega na estryfikacji surowców w kubicie estryfikacyjnym i kolumnie estryfikacyjnej, następnie na zobojętnieniu mieszaniny poreakcyjnej, odwodnieniu w kolumnie odwadniającej i zatażającej, i na oddzielaniu produktu od nieprzereagowanych surowców i wody. Schemat technologiczny produkcji octanu butylu metodą znaną jest przedstawiony na rys. fig. 1. Do kuba estryfikacyjnego 4 doprowadza się w sposób ciągły kwas octowy 1, butanol 2 i wodę zdemineralizowaną 3. Estryfikacja odbywa się w temperaturze około 112°C w obecności kwasu siarkowego jako katalizatora. Produkt estryfikacji, octan butylu odpędza się w formie azeotropu octan butylu — butanol woda w kolumnie estryfikacyjnej 5. Pary azeotropu trójskładnikowego przechodząc przez skraplacz 6 i chłodnicę 7 skraplają i schładzają do temperatury 80°C. Roztwór po schłodzeniu zobojętnia się roztworem ługu sodowego ze zbiornika 8, który sporządza się przez rozcieńczenie wodorotlenku sodu 10 wodą zdemineralizowaną ze zbiornika 9. Odkwaszony dwufazowy roztwór następnie przechodzi do rozdzielacza cieczy 11, gdzie następuje dokładny rozdział na dwie warstwy.

Warstwa górna zawiera octan butylu, butanol, a warstwa dolna zawiera prawie samą wodę

2

i octan sodu pochodzący z zobojętnienia oraz domieszki butanolu i octanu butylu. Warstwę górną przepuszcza się przez kolumnę odwadniającą 12 celem odpędzenia wody, a warstwę dolną kieruje się do kolumny wywarowej 19. W kolumnie odwadniającej 12 wodę odpędza się w postaci mieszaniny heteroazeotropów octan butylu — woda, które przechodząc przez kondensator 13 ulegają skropleniu i schłodzeniu, a następnie w rozdzielaczu 14 rozdzielaniu na dwie warstwy.

Warstwa dolna jest kierowana do kolumny wywarowej 19, a warstwa górna jest kierowana na szczyt, lub do kuba kolumny estryfikacyjnej. Z dołu kolumny odwadniającej odbiera się mieszaninę octan butylu — butanol, którą przesyła się do kolumny estrowej 16, celem odpędzenia butanolu. Butanol oddestylowuje w formie azeotropu octan butylu — butanol, który po skropleniu również przesyła się do estryfikacji. Z dołu kolumny estrowej 16 odbiera się gotowy produkt 17. Warstwy dolne z rozdzielaczy 11 i 14 przerabia się w kolumnie wywarowej 19 metodą periodyczną oddestylowując butanol aż do wyczerpania i kieruje się go do kuba estryfikacyjnego 4. Wodę wyczerpaną z kuba 18 wypuszcza się do kanalizacji ściekowej.

Wadą tej metody produkcji octanu butylu jest duże zużycie wody zdemineralizowanej do wytwarzania mieszanek azeotropowej w kolumnie estryfikacyjnej 5 i do sporządzania ługu sodowego

w zbiorniku 8, oraz straty kwasu octowego podczas zobojętnienia fazy wodnej i estrowej po wyjściu z kolumny estryfikacyjnej, straty butanolu i straty octanu butylu w kolumnie wywarowej na skutek hydrolizy.

Sposobem według wynalazku unika się wyżej wymienionych wad przez zastosowanie cyrkulacji wody między rozdzielaczem cieczy i kolumną estryfikacyjną oraz wykorzystanie wody powstałej w wyniku reakcji estryfikacji do sporządzania ługu sodowego oraz zobojętnienia tak przygotowanym ługiem tylko warstwy octanu butylowego.

Sposób wytwarzania octanu butylu metodą ciągłą według wynalazku polega na tym, że po procesie estryfikacji butanolu kwasem octowym, trójskładnikową azeotropową mieszaninę poddaje się najpierw rozdzielaniu. Górną warstwę z rozdzielania, która zawiera głównie octan butylu i resztki kwasu octowego, zobojętnia się wodnym roztworem wodorotlenku sodu w znany sposób, a warstwę dolną, która zawiera głównie wodę i resztki nieprzereagowanego butanolu i kwasu octowego, rozdziela się na dwie części z tym, że część stosuje się do sporządzenia wodnego roztworu wodorotlenku sodu, a pozostałą część zwraca się do procesu estryfikacji. Następnie warstwę organiczną po zobojętnieniu przerabia się dalej w znany sposób.

Sposób według wynalazku jest szczegółowo opisany w poniższym przykładzie, w oparciu o schemat technologiczny podany na rys. fig. 2.

Przykład. Do kuba estryfikacyjnego 4 w sposób ciągły wprowadzono 698 kg/h butanolu i 467 kg/h kwasu octowego. Temperatura w kubie 4 wynosiła 105°C. Na szczycie kolumny 5 zaopatrzonej w deflegator 6 temperatura wynosiła 90°C. Opary schładzane w chłodnicy 7 do temperatury 30°C. Po schłodzeniu oparów w chłodnicy 7 rozdzielono je w rozdzielaczu 22, górną warstwę zobojętniając roztworem ze zbiornika 8, dolną warstwę zawierającą głównie wodę i resztki nieprzereagowanego butanolu i kwasu octowego kierowano do zbiornika 9, skąd w ilości 525 kg/h kierowano do kuba estryfikacyjnego 4, pozostałą ilość kierowano do zbiornika 8 w celu przygotowania 20%

roztworu NaOH, którym zobojętniono górną warstwę z rozdzielacza 22. Liczba kwasowa wody estryfikacyjnej używanej do przygotowywania roztworu NaOH wynosiła 0,4. Górną warstwę z rozdzielacza 22 i roztwór zobojętniający z rozdzielacza 8 kierowano do rozdzielacza 11, gdzie następowało rozwarstwienie na dwie fazy: octanową i wodną. Warstwę octanową kierowano do kolumny odwadniającej 12. Warstwa dolna była kierowana z rozdzielacza 11 do kolumny wywarowej 19, gdzie w temperaturze 92°C oddestylowywano butanol. Temperatura w dolnej części kolumny odwadniającej 12 wynosiła 135°C, a w górnej części 105—110°C. Opary ze szczycu kolumny odwadniającej po skropleniu w chłodnicy 23 kierowano do rozdzielacza 14. Warstwę górną dozowano na szczyt kolumny estryfikacyjnej 5 jako flegmę. Warstwę dolną z rozdzielacza 14 kierowano do kolumny wywarowej 19. Z dołu kolumny 12 odbierano około 85% octanu butylu 17 w ilości 1310 kg/h.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania octanu butylu metodą ciągłą na drodze estryfikacji butanolu kwasem octowym i destylacji produktu końcowego po uprzednim zobojętnieniu i odwodnieniu azeotropowej mieszaniny poreakcyjnej, **znamienny tym**, że po procesie estryfikacji trójskładnikową azeotropową mieszaninę poddaje się najpierw rozdzielaniu, po czym górną warstwę z rozdzielania, która zawiera głównie octan butylu i resztki kwasu octowego, zobojętnia się wodnym roztworem wodorotlenku sodu w znany sposób, a warstwę dolną, która zawiera głównie wodę i resztki nieprzereagowanego butanolu oraz rozpuszczonego kwasu octowego, rozdziela się na dwie części z tym, że część stosuje się do sporządzenia wodnego roztworu wodorotlenku sodu, a pozostałą część zwraca się do procesu estryfikacji, przy czym zobojętnioną warstwę organiczną przerabia się dalej w znany sposób.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że zobojętnia się tylko jedną homogeniczną warstwę wodnym roztworem substancji zasadowej.

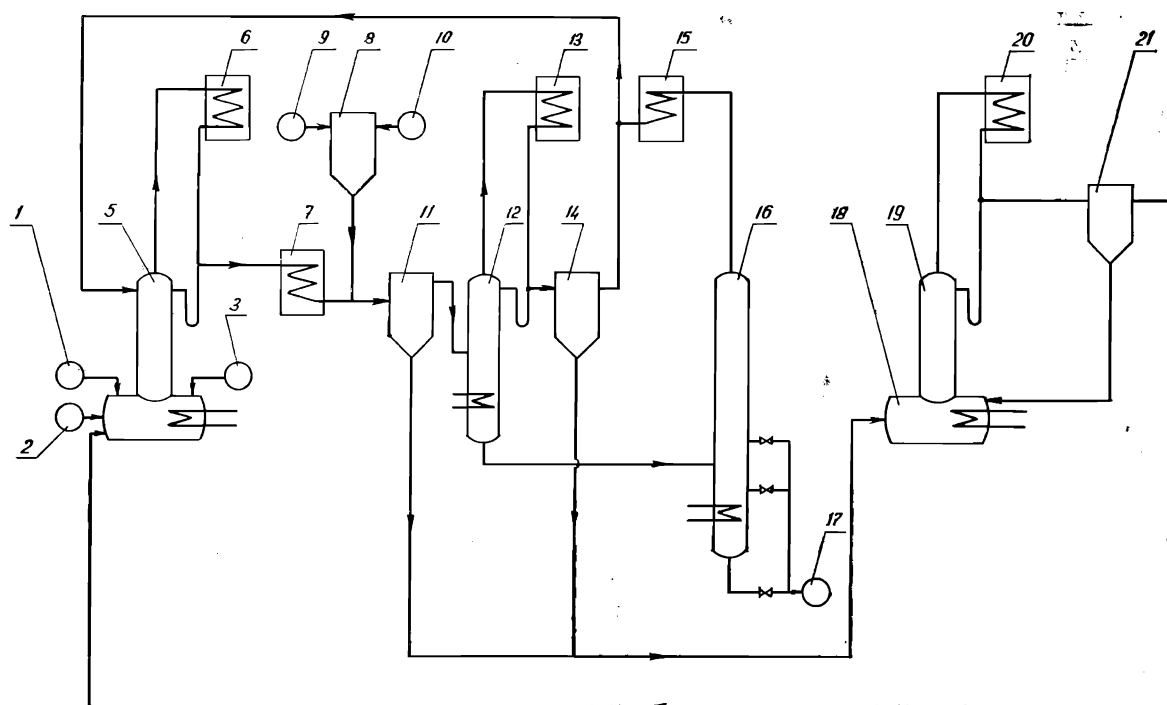


fig.1

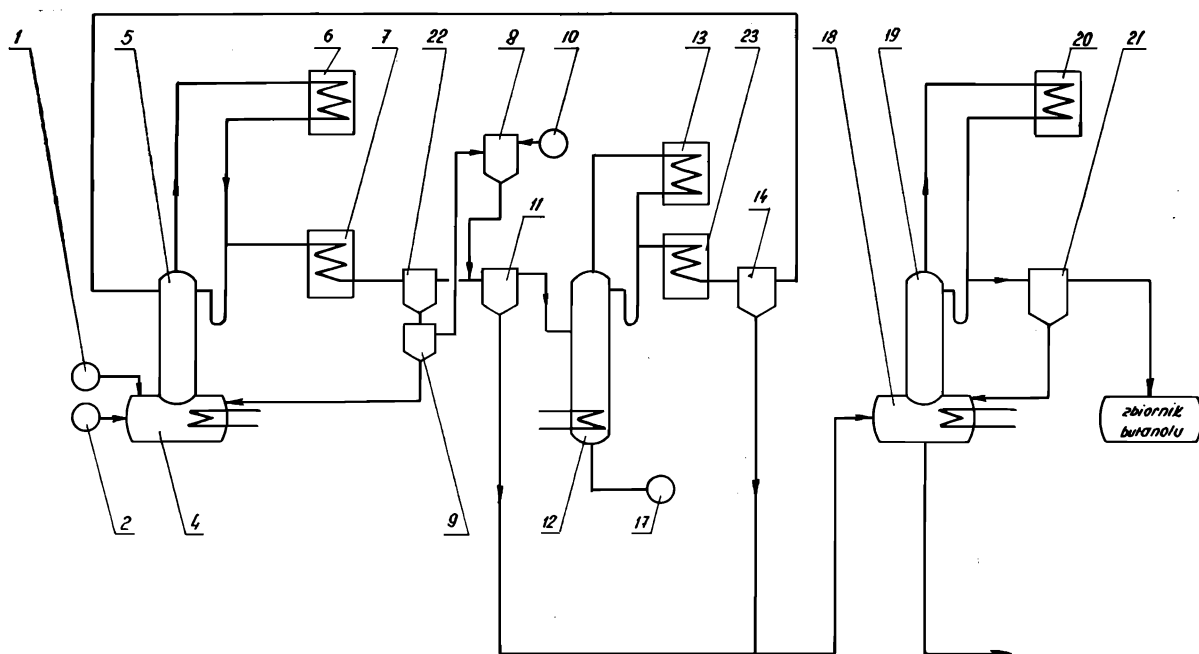


fig.2

Typo Łódź, zam. 1265/72 — 105 egz.

Cena zł 10.—