

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWAURZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

59227

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 25.III.1967 (P 119 680)

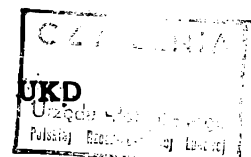
Pierwszeństwo: _____

Opublikowano: 5.III.1970

Kl. 12 o, 5/09

MKP C 07 c

L4/12

Współtwórcy wynalazku: mgr inż. Jerzy Wilczek, mgr inż. Benjamin
Młynek, Witold Prokop, Jerzy JędraszkoWłaściciel patentu: Instytut Przemysłu Organicznego, Warszawa
(Polska)Sposób rozdzielania mieszaniny alkoholowo-eterowo-wodnej
otrzymywanej w procesie wytwarzania eteru dwu-n-butyłowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób rozdzielania mieszaniny alkoholu n-butyłowego, eteru dwu-n-butyłowego i wody, otrzymywanej w procesie wytwarzania eteru dwu-n-butyłowego.

Podczas wytwarzania eterów alifatycznych (symetrycznych) z alkoholi, odbiera się z reaktora destylat stanowiący mieszaninę odpowiedniego alkoholu, eteru i wody powstałej w reakcji. Mieszaninę taką rozdziela się na składniki, na drodze rektyfikacji, przy czym odbiera się właściwy produkt — eter, alkohol nieprzereagowany, który zawraca się do reakcji, oraz wodę, którą usuwa się z obiegu.

Podczas produkcji eteru dwu-n-butyłowego odbiera się z reaktora destylat stanowiący mieszaninę alkoholu n-butyłowego, eteru dwu-n-butyłowego, i wody. Udziały wagowe poszczególnych składników mieszaniny mogą się znacznie różnić. Zależy to jest od sposobu i warunków prowadzenia procesu. W procesie bezieisnieniowym, w oparciu o klasyczny katalizator — kwas siarkowy, otrzymuje się z reaktora destylat o przeciętnym składzie: 42,3 części wagowych alkoholu n-butyłowego, 51,1 części wagowych eteru dwu-n-butyłowego i 6,6 części wagowych wody. Mieszanina taka, zawierająca alkohol, eter i wodę, podczas rozdzielania jej na składniki na drodze rektyfikacji, tworzy azeotropy o składach i temperaturach wrzenia, przedstawionych w tabeli.

2

Lp.	Alkohol n-butyłowy	Eter dwu-n-buty- łowy	Woda	Tempera- tura wrzenia
	części wagowe			°C
1	43,0	27,7	29,3	91
2	62,2	—	37,8	92,6
3	—	62,0	38,0	93,5
4	88,0	12,0	—	117,25

Składniki mieszanin azeotropowych wrzających w granicach temperatur 91—93,5°C po wykropleniu posiadają ograniczoną wzajemną rozpuszczalność, dzięki czemu po odstaniu się cieczy w separatorze, otrzymuje się dwie warstwy cieczy. Warstwę górną stanowi mieszanina alkoholu n-butyłowego i eteru dwu-n-butyłowego nasycona wodą a warstwę dolną woda nasycona alkoholem n-butyłowym (około 92 części wagowych wody i 8 części wagowych alkoholu n-butyłowego, w temperaturze 20°C). Rozpuszczalność eteru dwu-n-butyłowego w wodzie wynosi około 0,01 g eteru/100 g wody, co z praktycznego punktu widzenia nie ma istotnego znaczenia.

Znany sposób rozdzielania mieszanin alkoholowo-eterowowodnych w procesie wytwarzania eteru dwu-n-butyłowego, metodą ciągłą, prowadzi się na dwóch kolumnach rektyfikacyjnych. Destylat odbierany z reaktora, stanowiący mieszaninę alko-

holu n-butyłowego, eteru dwu-n-butyłowego i wody, kieruje się do kolumny rektyfikacyjnej. U góry kolumny odbiera się pary destylatu w granicach temperatur 91—93,5°C, które wykrapla się w chłodnicy, a następnie kieruje do separatora. Skład tego destylatu odpowiada przeciętnemu składowi mieszanin azeotropowych wrzących w zakresie temperatur 91—93,5°C. W separatorze następuje rozdział destylatu na dwie warstwy cieczy wzajemnie nasycone.

Warstwę górną stanowi mieszanina alkoholu i eteru nasycona wodą, a warstwę dolną woda nasycona alkoholem. Warstwę górną zawraca się u szczytu kolumny, a warstwę dolną odprowadza się do ścieków lub regeneruje się alkohol przez rektyfikację na dodatkowej kolumnie. U dołu kolumny odbiera się mieszaninę alkoholu i eteru pozbawioną wody, którą kieruje się do drugiej kolumny. U góry drugiej kolumny odbiera się pary destylatu, którego skład odpowiada składowi mieszaniny azeotropowej o temperaturze wrzenia 117,25°C/88 części wagowych alkoholu n-butyłowego, 12 części wagowych eteru dwu-n-butyłowego, przy czym część destylatu zawraca się do kolumny jako oroszenie a część destylatu zawraca się do reaktora. U dołu drugiej kolumny odbiera się technicznie czysty eter dwu-n-butyłowy.

Istota sposobu według wynalazku polega na zastąpieniu rektyfikacji dotychczas stosowanej do rozdzielania mieszanin alkoholowo-eterowo-wodnych ekstrakcją przy użyciu glikolu etylenowego. Eliminuje się przez to kosztowne kolumny rektyfikacyjne, do lokalizacji których potrzebne są wysokie i duże pomieszczenia.

W sposobie według wynalazku wykorzystano właściwość nieograniczonej mieszalności glikolu etylenowego z alkoholem n-butyłowym i wodą oraz ograniczonej mieszalności z eterem dwu-n-butyłowym. Stwierdzono, że w temperaturze 20°C rozpuszczalność glikolu etylenowego w eterze dwu-n-butyłowym wynosi 0,22 części wagowych, zaś eteru dwu-n-butyłowego w glikolu etylenowym 0,50 części wagowych.

W wyniku ekstrakcji, z mieszaniny reakcyjnej (destylatu), składającej się z eteru dwu-n-butyłowego, alkoholu n-butyłowego i wody, odbieranej z reaktora, zostają wyekstrahowane: nieprzereagowany alkohol n-butyłowy i woda oraz część eteru dwu-n-butyłowego, które przechodzą do ekstraktu glikolowego. Ciecz wyczerpaną stanowi technicznie czysty eter dwu-n-butyłowy. Alkohol, wodę oraz tę część eteru, która znajduje się w ekstrakcie, oddziela się od glikolu etylenowego na drodze destylacji prostej, dzięki znacznej różnicy temperatur wrzenia składników zawartych w ekstrakcie i ekstrahenta — glikolu etylenowego. Podczas destylacji w temperaturze do 120°C oddestylowuje się z ekstraktu nieprzereagowany alkohol, wodę oraz eter w nim rozpuszczony.

Z kotła odprowadza się glikol etylenowy, który po ochłodzeniu zawraca się ekstrakcji. Pary destylatu odebrane w temperaturze do 120°C wykrapla się w chłodnicy, a następnie kieruje do separatora. W separatorze następuje odstanienie cieczy i rozdział na dwie warstwy wzajemnie nasycone. Warstwę górną cieczy, zawierającą mieszaninę alkoholu n-butyłowego i eteru dwu-n-butyłowego na-

syconą wodą, zawraca się do reakcji. Warstwę dolną cieczy zawierającą wodę nasyconą alkoholem n-butyłowym i śladową ilością eteru dwu-n-butyłowego (około 0,01 części wagowych) odprowadza się do ścieków. Sposób rozdzielania mieszaniny alkoholu n-butyłowego, eteru dwu-n-butyłowego i wody na drodze ekstrakcji w sposób ciągły ilustruje przykład i załączony schemat. W przykładzie części oznaczają części wagowe.

Przykład. Z reaktora 1 odbiera się pary mieszaniny reakcyjnej o składzie: 39,7 części alkoholu n-butyłowego, 47,8 części eteru dwu-n-butyłowego i 12,6 części wody. Pary destylatu wykrapla się w chłodnicy 2, a następnie destylat kieruje się do ekstrakcji czterostopniowej.

Aparaty oznaczone numerami 3, 5, 7, 9, oznaczają mieszalniki, a aparaty oznaczone numerami 4, 6, 8, 10 oznaczają separatory. Zestaw mieszalnika i separatora służy jednemu stopniowi ekstrakcji. Do pierwszego stopnia ekstrakcji kieruje się destylat (surówkę) z chłodnicy 2 do mieszalnika 3, do którego wprowadza się jednocześnie z surówką ekstrahent — glikol etylenowy przewodem 15 oraz z kotła 11 poprzez chłodnicę 14, przy czym na 1 część surówki wprowadza się 2 części glikolu.

Zawartość mieszalnika spływa do separatora 4, gdzie następuje odstanienie i rozwarstwienie się cieczy. Warstwę dolną cieczy stanowi ekstrakt glikolowy, zawierający alkohol n-butyłowy, wodę oraz część eteru dwu-n-butyłowego, który kieruje się do kotła 11.

Warstwę górną stanowi ciecz wyczerpana po pierwszym stopniu ekstrakcji zawierająca około 87 części eteru, którą kieruje się do drugiego stopnia ekstrakcji (mieszalnik 5 i separator 6). Do drugiego, trzeciego i czwartego stopnia ekstrakcji wprowadza się po 0,66 części glikolu na 1 część surówki wprowadzonej do pierwszego stopnia ekstrakcji. W drugim, trzecim i czwartym stopniu ekstrakcji następuje dalsze zateżnienie warstw górnych cieczy w separatorach w eter dwu-n-butyłowy, który odbiera się, jako produkt technicznie czysty (99%) z separatora 10.

Warstwy dolne cieczy (ekstrakty) z separatorów łączy się razem i odprowadza do kotła 11. Z kotła 11 oddestylowują, w temperaturze do 120°C, składniki lotne zawarte w ekstrakcie: alkohol, woda i niewielka ilość eteru, która rozpuściła się w glikolu.

Pary destylatu wykrapla się w chłodnicy 12, a następnie kieruje się je do separatora 13. W separatorze 13 następuje odstanienie i rozwarstwienie się cieczy na dwie warstwy wzajemnie nasycone. Warstwę górną stanowi mieszanina o składzie: 72,2 części alkoholu n-butyłowego, 15,9 części eteru dwu-n-butyłowego i 11,9 części wody, którą kieruje się do reaktora 1. Warstwę dolną stanowi woda nasycona alkoholem n-butyłowym o składzie: 92 części wody i 8 części alkoholu n-butyłowego, którą odprowadza się do ścieków.

Zregenerowany glikol etylenowy odprowadza się z kotła 11 i po ochłodzeniu w chłodnicy 14 zawraca się do ekstrakcji. Ilość wody, którą zawraca się z mieszaniną z separatora 13 do reaktora 1 nie wpływa ujemnie na przebieg procesu, który prowadzi się z wydajnością 98% wydajności teoretycznej. Na 100 części destylatu odbieranego z reaktora

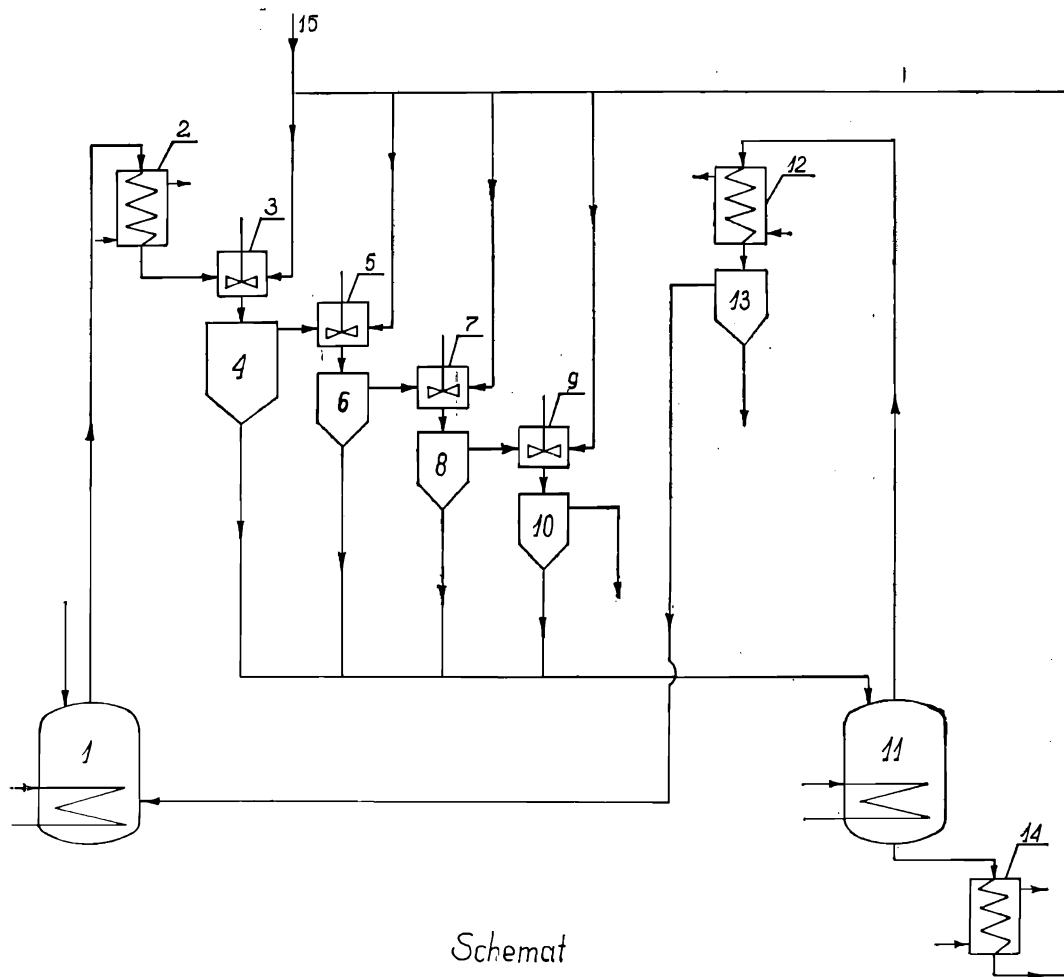
i kierowanego do ekstrakcji odbiera się około 40 części cieczy wyczerpanej, którą stanowi eter dwu-n-butyłowy o czystości wynoszącej 99%, około 7,1 części wody nasyconej alkoholem n-butyłowym i około 42,9 części mieszaniny alkoholowo-eterowo-wodnej, zawierającej głównie nieprzereagowany alkohol, którą zawraca się do reaktora. Zawartość reaktora uzupełnia się świeżym alkoholem n-butyłowym.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób rozdzielania mieszaniny alkoholowo-eterowo-wodnej otrzymywanej w procesie wytwarzania eteru dwu-n-butyłowego **znamienny tym**, że mieszaninę tę poddaje się ekstrakcji glikolem etylenowym, w wyniku której uzyskuje się jako ciecz

wyczerpaną technicznie czysty eter dwu-n-butyłowy, a jako ekstrakt glikolowy mieszaninę alkoholu n-butyłowego, wody i nieznacznych ilości eteru dwu-n-butyłowego, po czym ekstrakt poddaje się destylacji, w wyniku której odbiera się destylat zawierający alkohol, wodę i nieznaczne ilości eteru, a jako pozostałość podestylacyjną-glikol etylenowy, po czym destylat rozdziela się przez odstanienie na warstwę górną zawierającą alkohol i eter nasyconą wodą, którą zawraca się do reakcji i na warstwę dolną stanowiącą wodę nasyconą alkoholem, którą odprowadza się na zewnątrz układu.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że glikol odprowadzany jako pozostałość podestylacyjną zawraca się po ochłodzeniu do procesu ekstrakcji.



Schemat