



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

259978

(11) B₁

(51) Int. Cl.⁴
C 07 C 69/54

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 20. 02. 87
(21) PV 1129-87. C

(40) Zveřejněno 15. 03. 88
(45) Vydáno 10. 05. 89

(75)
Autor vynálezu

BERÁNEK JAN ing. CSc., PARDUBICE

(54)

Způsob přípravy vyšších esterů kyseliny akrylové
a metakrylové

Způsob přípravy vyšších esterů kyseliny akrylové a metakrylové za použití recyklovaných surovin vzájemným působením metylakrylátu resp. atylakrylátu či metylmetakrylátu resp. etylmetakrylátu a alkoholů majících v akrylovém řetězci nejméně dva atomy uhlíku za přítomnosti katalyzátoru na bázi alkoholátu hořčíku, inhibitoru polymerace, za zvýšené teploty a současněho oddestilování uvolňujícího se metanolu resp. etanolu tak, že složky reakční směsi, t.j. výchozí alkohol, čerstvý a recyklovaný výchozí ester a rozpouštědlo, se před reakcí vysuší (případně mimo reakční zařízení) na obsah vody nižší než 0,3 % hmot. po smíchání složek v reakčním zařízení se provede azeotropické sušení směsi na obsah vody menší než 0,05 % hmot. a bezprostředně před zahájením reakce se přidá kromě katalyzátoru pevná disperzní látka s abrasivními a sorpčními účinky, například aktivní uhlí, saze, křemelina, hlínky a jejich upravené formy.

Vynález se týká způsobu přípravy esterů kyseliny akrylové a metakrylové reesterifikací metyl nebo etylakrylátu za přítomnosti katalyzátoru na bázi alkoholátu hořčíku a za použití recyklovaných surovin, který umožňuje dosažení vyšších výtěžků a plynulý chod výrobního zařízení.

Příprave vyšších esterů kyseliny akrylové a metakrylové reesterifikací metyl nebo etylakrylátu či metakrylátu odpovídajícími vyššími alkoholy za přítomnosti katalyzátoru na bázi alkoholátu hořčíku byla popsána např. Bondarjukem a spol. (GB pat. 1 174 148), v jap.pat. 11 084/1973, v patentu fy Degusse (DE 1 568 476) a dále Berlinem a kol. (Plaste Kat., 18, 1, 12, 1971).

Výhodou tohoto katalyzátoru je jeho snadné oddělení od reakční směsi srážením kysličníkem uhličitým a filtrací nebo extrakcí minerálními kyselinami, takže většinou odpadá čištění připraveného vyššího esteru destilací, které bývá spojeno se ztrátou výtěžku. S tímto katalyzátorem se dosahuje přibližně stejných reakčních rychlostí jako při použití alkoholátu titanu nebo alkoholátů alkalických kovů. Současně je významně omezena tvorba vedlejších adičních a polymeračních reakčních produktů.

Vysokou rychlostí však probíhají reesterifikace jen s použitím čerstvých nerecyklovaných surovin. Použijí-li se při reesterifikaci regenerované suroviny, což je běžné při průmyslové výrobě, ale také při provádění reesterifikace ve větším měřítku v objemu alespoň několika desítek litrů, a v kovovém zařízení, dochází v jednotlivých po sobě jdoucích operacích ke značnému poklesu reakční rychlosti a později dokonce k zastavení reesterifikace na nízkém stupni konverze. Většinou může být zpočátku v reesterifikaci pokračováno po přidání další dávky katalyzátoru. Tyto potíže jsou větší při přípravě esterů o nižší molekulární hmotnosti jako butylmetakrylátu. Po několika operacích dochází potom k druhotnému jevu, který se proje-

vuje ve zpomalení a později až zastavení destilace přes intenzivní přívod topného média do tepelného výměníku.

Bylo zjištěno, že příčinou tohoto jevu je usazování zplodin rozkladu katalyzátoru na vnitřních plochách reakčního zařízení včetně teplosměnných ploch. Tyto zplodiny mají charakter gelu, který houževnatě lpí na stěnách zařízení a dokáže i při malém obsahu účinné látky, který lze určit vysušením gelu, značně zpomalit proudění kapaliny v širokém okolí, a tím podstatnou a neočekávanou měrou snížit přestup tepla v zařízení. Vrstva usazenin je přirozeně silnější na místech, kde je zpomalení proudění. Bylo však zjištěno, že k usazování zplodin rozkladu katalyzátoru dochází s uvedenými důsledky i na vnitřních svislých plochách trubkového výměníku, kolem nichž proudí reakční směs vysokou rychlostí, přesahující 1 m/s při hodnotě Re řádově $4 \cdot 10^5$.

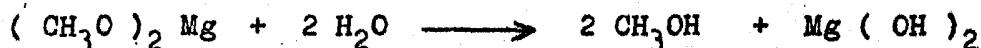
V takovém případě nezbyvá než reakční směs vypustit, zařízení propláchnout čistým rozpouštědlem, aby se odstranily estery a alkoholy, které by znečišťovaly odpadní vody, a naplnit jej zředěným vodným roztokem kyseliny. Po rozpuštění úsad se zařízení vypláchne vodou, naplní rozpouštědlem, vysuší azeotropickou destilací a pokračuje se v přípravě esteru.

Nevýhody tohoto postupu jsou zřejmé: velká spotřeba rozpouštědla pro vyplachování a vysušování zařízení; nutnost jeho regenerace a z toho vyplývající zvýšené náklady na zařízení a energie; produkce velkého množství odpadních vod obsahujících kyselinu sírovou a její soli; produkce určitého množství rozpuštěných organických látek, z nichž zejména nenasycené estery ztěžují likvidaci odpadů. Kromě toho bylo zjištěno, že při azeotropickém sušení zařízení po jeho čištění za použití uhlovodíkových rozpouštědel (např. cyklohexanu), kterými jsou běžně ředěny reakční směsi při přípravě nenasycených esterů, se jen velmi nesnadno dosáhne úplného odstranění vody ze zařízení, zejména z potrubních spojů a náplně kolon. Tím se vytvářejí předpoklady pro urychlený rozklad katalyzátoru v dalších operacích reesterifikace a zkracuje se doba chodu zařízení mezi jeho čištěním. Lze odhadnout, že např. při přípravě butylmetakrylátu je možné provést 5 až 10 operací, než se zastaví destilace a zařízení je nutno vyčistit. Při přípravě cetostearylmetakrylátu le takto možné po sobě provést 10 až 20 operací.

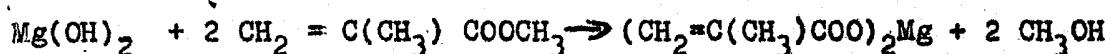
Předložený vynález se klade za úkol vyvinout takový postup přípravy vyšších esterů kyseliny akrylové a metakrylové, který by zabránil poklesu aktivity hořečnatého alkoholátu, používaného jako katalyzátoru, a závažným poruchám ve výměně tepla při destilačním odstraňování vznikajícího níže vroucího alkoholu při nepřetržité průmyslové výrobě uvedených nenasycených esterů za použití recyklovaných surovin, a tak umožnit dosažení vyšších výtěžků a plynulého chodu výrobního zařízení.

Podstata vynálezu spočívá v tom, že složky reakční směsi, výchozí alkohol, čerstvý a recyklovaný metyl nebo etylester kyseliny akrylové nebo metakrylové a rozpouštědlo se před reakcí vysuší mimo reakční zařízení na obsah vody nižší než 0,3 % hm., po smíchání složek v reakčním zařízení se provede azeotropické sušení směsi po dobu nejméně 20 minut a do směsi obsahující méně než 0,05 % hm. vody se bezprostředně před zahájením reakce přidá kromě katalyzátoru pevná disperzní látka s abrazivním a sorpčním účinkem.

Příčinou poklesu aktivity katalyzátoru během reesterifikace je, jak bylo experimentálně prokázáno, vlhkost přítomná ve výchozích surovinách. Voda hydrolyzuje alkoholát hořečnatý na hydroxid hořečnatý



který může dále reagovat s metylmetakrylátem až na metakrylán hořečnatý



Tímto způsobem se převede aktivní katalyzátor na neúčinné zplodiny. Některé prameny neuvažují možnost deaktivace katalyzátoru uvedeným způsobem (GB pat.1 174 148), podle jiných se reakční směs před přidáním katalyzátoru vysušuje jen v reaktoru azeotropickou destilací (DAS 1 568 376). Nerecyklované výchozí suroviny, akrylové a metakrylové estery a alkoholy, obsahují obvykle i podle své obchodní specifikace méně než 0,2 (většinou méně než 0,1) % hm. vody, uhlovodíky, např. cyklohexan, (jsou používány jako pomocná rozpouštědla), dokonce řádově méně vody. Za těchto podmínek postačí většinou pro

udržení vysoké aktivity katalyzátoru a dosažení téměř kvantitativní konverze ezeotropické vysušení reakční směsi v reakčním zařízení před reakcí. Při průmyslové výrobě vyšších nenasycených esterů se však regeneruje přebytek nižšího esteru, rozpouštědlo a popřípadě i alkohol (butanol) a využívají se do vsádky dalších výrobních operací. Progresivním způsobem regenerace a oddělení uvedených těkavých reakčních složek z připravovaného esteru je destilace s vodní parou (např. DAS 2 317 226, Jap. 73-21929, 73-37011, 73-42044), jíž se omezí tepelná expozice produktu. V takovém případě obsahují regenerované suroviny kromě rozpuštěné vody také emulgovanou vodu a celková koncentrace vody ve vsádce při reesterifikaci obvykle přesahuje 0,2 % hm.

Nyní bylo s překvapením zjištěno, že při této a vyšší počáteční koncentraci vody ve vsádce je azeotropické odstraňování vody v reakčním zařízení z hlediska dosažení potřebné aktivity katalyzátoru nedostatečně účinné. Sušení reakčních směsí podle objektivních analytických rozborů probíhalo, přesto však byly dosažené konverze nízké, na úrovni 75 až 90 %, a to při době sušení až 1 hodina. Delší doba sušení neovlivňovala významněji dosažené konverze. Konverzi se podařilo zvýšit na hodnoty 90 až 97 % použitím dvoj až trojnásobně většího množství katalyzátoru (0,1 až 0,15 % hm. Mg, vztaženo na reakční směs). Ani tyto konverze nabyly uspokojivé, protože při výrobě vyšších akrylátů, popř. metakrylátů, nelze nezreagovaný alkohol oddělit od produktu technicky přijatelnými prostředky (vysoký a blízký bod varu složek, snadnost polymerace nenasycených esterů), a požaduje se proto konverze vyšší než 98 %. Kromě toho je zvýšené množství katalyzátoru nežádoucí, protože probíhají ve větší míře rozkladné reakce katalyzátoru, rychleji dochází k zanášení tepelného výměníku nebo teplosměnných ploch a je třeba častěji odstavovat a čistit reakční zařízení.

Deaktivace katalyzátoru vodou přítomnou v recyklu regenerovaných surovin byla se stejným výsledkem modelována laboratorně přidáním vody ke vsádce připravené z čerstvých surovin, obsahujících původně méně než 0,2 % hm. vody. Naopak reesterifikace na modelovém zařízení o objemu 200 l probíhala za použití čerstvých surovin nerecyklovaných stejnou rychlostí jako v laboratoři. Popsaný jev lze pravděpodobně vysvětlit tím, že voda se při vyšších koncentracích odsazuje od

organické fáze a může se usazovat během sušení v kapičkách na některých částech zařízení. Při následující esterifikaci dochází k jejich rozpouštění vznikajícím metanolem nebo etanolem, splachování do reakční směsi a následně k rozkladu katalyzátoru.

Uvedené nedostatky odstraňuje postup přípravy esterů kyseliny akrylové a metakrylové podle vynálezu za použití recyklovaných surovin vzájemným působením metyl- nebo etylakrylátu či metakrylátu a vyšších alkoholů, majících v alkylovém řetězci nejméně dva atomy uhlíku za přítomnosti katalyzátoru na bázi alkoholátu hořčíku, inhibitoru polymerace, za zvýšené teploty a současného oddestilovávání uvolňujícího se nižšího alkoholu, spočívající v tom, že složky reakční směsi, vyšší alkohol, čerstvý a recyklovaný nižší ester a rozpouštědlo se před reakcí vysuší mimo reakční zařízení na obsah vody nižší než 0,3 % hm., po smíchání složek v reakčním zařízení se provede azeotropické dosušení a do směsi obsahující méně než 0,05 % hm. vody se bezprostředně před zahájením reakce přidá kromě katalyzátoru pevná disperzní látka s abrazivními a sorpčními účinky, s výhodou aktivní uhlí, saze, křemelina, hlinky a jejich upravené formy. Sušení mimo reakční zařízení se s výhodou podrobují jen ty reakční složky, jejichž obsah vlhkosti je vyšší než 0,3 % hm, především se jedná o recyklované suroviny. Azeotropické sušení směsi v reakčním zařízení se s výhodou provádí jen tehdy, přesahuje-li obsah vlhkosti směsi 0,05 % hm.

Složky reakční směsi, jejichž vlhkost přesahuje 0,3 % hm, se před-sušují buď jednotlivě, nebo společně mimo vlastní reakční zařízení. Toto opatření sleduje zabránit nedefinovatelnému usazování kapek vody v reakčním zařízení. Před-sušování se vztahuje především na recyklované suroviny. Před-sušování se může provádět diskontinuálně nebo kontinuálně rektifikací, nejlépe tak, aby byla vysušená surovina odebírána z rektifikační kolony v parách a nedocházelo ke strhování odloučených kapek vody. Tak např. se nedoporučuje, aby při kontinuálním sušení byla surovina odebírána jako kapalina z vařáku, ale jako pára, která se dodatečně zkondenzuje.

Za sušení lze považovat také oddělení vody jako heterogenní fáze sedimentací nebo odstřeďováním až do získání čiré organické fáze, pokud je rozpustnost vody menší než 0,3 % hm. Sušit lze složky reakční směsi ovšem i působením bezvodých solí, tvořících krystalické hydráty, pevnými hydroxidy nebo působením sorbentů, jako je silikagel nebo molekulární síta. Tyto způsoby jsou ovšem nákladnější.

S deaktivací a rozkladem katalyzátoru úzce souvisí, jak již bylo řečeno, usazování zplodin rozkladu na vnitřních plochách reakčního zařízení a zpomalování až zastavení destilace při reesterifikaci. Vyšší počáteční obsah vody ve vsádce a potíže s aktivitou katalyzátoru se následně projeví v poklesu účinnosti přestupu tepla, nutnosti zvýšit tlak topné páry a konečně v prakticky úplném zastavení destilace. Tak např. při přípravě butylmetakrylátu a počátečním obsahu vody ve vsádce 0,5 až 0,7 % hm. docházelo již po druhé operaci až ke trojnásobnému snížení hodnoty koeficientu přestupu tepla.

Předsušováním recyklovaných surovin mimo reakční zařízení se sice zabránilo rychlé deaktivaci katalyzátoru, jeho extenzivnímu rozkladu a rychlému poklesu výměny tepla v zařízení, úplně však tyto jevy vyloučit nelze. Jednak proto, že při příliš nízkém obsahu vody ve vsádce, nižším než 0,01 % hm, se překvapivě naopak zpomaluje rychlost reesterifikace, značně se zvyšuje viskozita směsi a reakce se zastavuje na nízkém stupni konverze. Reakční směs proto musí určitou zbytkovou vlhkost obsahovat a to je příčinou částečného rozkladu katalyzátoru v jednotlivých operacích a postupného ukládání rozkladných produktů na stěnách zařízení. Kromě toho přispívá k rozkladu katalyzátoru vlhkost a kysličník uhličitý, které jsou obsaženy ve vzduchu uváděném do reakčního zařízení jako prostředek inhibice polymerace a rovněž ve vzduchu, který se dostane do zařízení při vyprazdňování. Sušením vzduchu a adsorpcí kysličníku uhličitého je ovšem možné rozklad katalyzátoru z těchto příčin podstatně omezit.

Předsušováním recyklovaných surovin lze tedy podstatně, více než desetinásobně, prodloužit dobu mezi čištěním zařízení. Dále bylo nalezeno, že přidá-li se k vysušené reakční směsi před reesterifikací ještě před přidáváním katalyzátoru disperzní látka s abrazivním účinkem, jako je aktivní uhlí, saze, křemelina, hlinky a jejich upravené formy, lze udržet teplosměnné plochy reesterifikačního zařízení čisté, prosté zplodin rozkladu katalyzátoru. Tyto zplodiny se zachytí přidanou disperzní látkou a udrží se v reakční směsi ve vzhledu. Uvedená disperzní látka nemá obsahovat vlhkost, látky kyselé ani báziaké povahy, které by mohly snižovat aktivitu katalyzátoru. S dobrými výsledky bylo použito např. aktivní uhlí a křemelina, vhodné jsou i saze, aktivní hlinky a jejich upravené formy.

Hlavní výhodou postupu podle vynálezu je až o 20 % zvýšená produktivita reesterifikačního zařízení, až o 25 % snížené investiční náklady na zařízení a až o 30 % snížené náklady na energie spojené s čištěním reakčního zařízení, regenerací reakčních složek a likvidací odpadů. Další výhodou je zvýšení výtěžků esterů až o 7 %, k jejichž ztrátě by jinak došlo při opakovaném častém čištění zařízení.

Vynález je dále objasněn na příkladech provedení, jimiž ovšem jeho rozsah není vymezen ani vyčerpán.

Příklad 1

Pro reesterifikaci bylo použito reakční zařízení sestávající z nerezové nádoby objemu 160 l, zapojené do cirkulační smyčky s čerpadlem a vnějším avislým trubkovým výměníkem (8 trubek průměru 20 mm a délky 2 000 mm). K nádobě byla připojena kolona o průměru 200 mm a výšce 2 000 mm, naplněná Raschigovými kroužky průměru 15 mm. Na kolonu navazoval kondenzátor, zařízení pro nastavení poměru zpětného toku a destilátu a předloha pro jímání destilátu.

Do reaktorku bylo vpraveno 27,2 kg butanolu /obsah vody 0,05 % hm./, 47 kg metylmetakrylátu /obsah vody 0,1 % hm./, 42,1 kg cyklohexanu /obsah vody 0,01 % hm./ a 100 g di-terc-butyl-p-metylfenolu, který byl užíván jako inhibitor polymerace. Směs byla vyhřáta parou přiváděnou do výměníku k varu. Při přetlaku topné páry 0,07 MPa, ztrátě tlaku na koloně 1,5 kPa a poměru zpětného toku destilátu 10:1 byla směs během 30 minut azeotropicky vysušena. Po ochlazení na 70 °C byl do směsi přidán katalyzátor, připravený rozpuštěním 60,5 g kovového hořčíku ve 2,6 l metanolu. Směs byla znovu uvedena k varu a při refluxním poměru 10:1 byl ze směsi oddestilován tvořící se metanol v binární azeotropické směsi s cyklohexanem. rychlost cirkulace reakční směsi v trubkách výměníku odpovídala hodnotě bezrozměrného kritéria $Re = 36\ 000$. Během sušení i reakce byl do směsi uváděn vzduch rychlostí 40 l/h. Reakce byla ukončena po 3 h 45 minutách, kdy teplota par na hlavě kolony vystoupila na 77,5 °C. Uvedeným postupem byly provedeny ještě tři operace reesterifikace. Přetlak topné páry nezbytný pro udržení optimálního zatížení rektifikační kolony 2 kPa činil v poslední operaci 0,125 MPa. Po propláchnutí reaktoru cyklohexanem a rozebrání čel

výměníku byl na vnitřním povrchu trubek výměníku zjištěn bělavý povlak, jehož síla nepřesahovala 0,1 mm.

Příklad 2

V zařízení popsaném v příkladu 1 byl reesterifikován metylmetakrylát butanolem za použití recyklu cyklohexanu obsahujícího 148 % hm. butylmetakrylátu, 15 % hm. butanolu, 0,8 % hm. vody a 17,8 % hm. metylmetakrylátu. Recykl byl získán stripováním cyklohexanu a metylmetakrylátu z reakční směsi po reakci vodní parou a oddělením vodné fáze destilátu. Do reaktoru bylo vpraveno 9,5 kg butanolu, 13,5 kg metylmetakrylátu, 2,3 kg čistého cyklohexanu a 17,5 kg recyklovaného cyklohexanu. Po vysušení reakční směsi azeotropickou rektifikací a po přidání katalyzátoru byl stejně jako v příkladu 1 oddestilován reakcí se uvolňující metanol. Tímto způsobem bylo provedeno po sobě pět operací. Ve čtvrté operaci došlo k zastavení destilace metanolu, tedy k zastavení reakce, aniž by se však snížila rychlost destilace, již po dosažení 60 % konverze butanolu. Po přidavku další dávky katalyzátoru byla reesterifikace dokončena. V první třetině průběhu páté operace stoupal přetlak páry potřebný pro udržení optimální a konstantní rychlosti destilace až na 0,28 MPa. Dále již tlak páry nebyl zvyšován, aby nedošlo k přehřátí směsi. V důsledku rychle se snižující úrovně přestupu tepla zanášením trubek výměníku klesalo množství destilátu, až při dosažení 70 % konverze se destilace prakticky zastavila. Reakční směs byla ochlazena a vypuštěna do zásobníku. Do reaktoru byl napuštěn čistý cyklohexan, který byl zahřát a udržován 1 hodinu za varu pod totálním zpětným tokem. Vyvařením zařízení rozpouštědlem se zlepšil přestup tepla natolik, že reakční směs mohla být znovu napuštěna do reaktoru a po přidání nové dávky katalyzátoru byla reesterifikace dokončena. Byly provedeny ještě další dvě operace reesterifikace při přetlaku topné páry 0,2 až 0,28 MPa. Zanesené trubky výměníku byly potom vyčištěny následujícím způsobem:

Propláchnutím reaktoru cyklohexynem při bodu varu po dobu 0,5 hodiny; demontáží vík výměníku a působením 0,5% roztoku kyseliny sírové po dobu 2 hodiny; vypláchnutím trubek vodou a vysušením vzduchem a zpětnou montáží vík. Po demontáži vík byla na vnitřním povrchu trubek zjištěna bílá lnoucí práškovitá úsada o síle 0,5 až 1 mm. Tyto úsady se působením kyseliny prakticky zcela rozpustily. Uvedeným postupem

ovšem nebyly vyčištěny ostatní prostory reaktoru, především nádoba, v níž vrstva úsad byla podstatně větší.

Příklad 3

V zařízení popsaném v příkladu 1 byl reesterifikován metylmetakrylát butanolem za použití recyklovaného rozpouštědla postupem uvedeným v příkladu 2 s tím, že recyklované rozpouštědlo bylo před použitím azeotropicky vsádkově sušeno ve smaltovaném kotli s připojenou skleněnou kolonou o průměru 100 mm a výšce 2000 mm při poměru zpětného toku ku destilátu 10 : 1 až do ustálení teploty par na hlavě. Takto vysušený recykl byl čirý a obsahoval méně než 0,05 % vody. Kromě toho byl do reakční směsi přidán karborafin (aktivní uhlí) v množství 0,2 % hm., vztaženo na počáteční hmotnost vsádky.

Za těchto podmínek bylo provedeno 10 operací reesterifikace, aniž by se zastavila reesterifikace na nízkém stupni konverze a aniž by poklesla rychlost destilace při přetlaku topné páry 0,105 až 0,115 MPa a ztrátě tlaku v koloně 2 kPa. Po demontáži čel výměníku byl zjištěn vnitřní povrch trubek bez jakýchkoli usazenin.

PŘEDMĚT VYNÁLEZU

1. Způsob přípravy vyšších esterů kyseliny akrylové a metakrylové za použití recyklovaných surovin vzájemným působením metylakrylátu, resp. etylakrylátu či metylmetakrylátu, resp. etylmetakrylátu a alkoholů majících v alkylovém řetězci nejméně dva atomy uhlíku, za přítomnosti katalyzátoru na bázi alkoholátu hořčíku, inhibitoru polymerace, za zvýšené teploty a současného oddestilovávání uvolňujícího se metanolu, resp. etanolu, vyznačený tím, že složky reakční směsi, výchozí alkohol, čerstvý a recyklovaný výchozí ester a rozpouštědlo, se před reakcí vysuší případně mimo reakční zařízení na obsah vody nižší než 0,3 % hm, po smíchání složek v reakčním zařízení se případně provede azeotropické sušení směsi do obsahu vody méně než 0,05 % hm. a bezprostředně před zahájením reakce se přidá kromě katalyzátoru pevná disperzní látka s abrazivními a sčrpčnými účinky, s výhodou aktivní uhlí, saze, křemelina, hlinky a jejich upravené formy.

2. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že sušení mimo reakční zařízení se s výhodou podrobuje jen ty reakční složky, jejichž obsah vlhkosti je vyšší než 0,3 % hm, především recyklované suroviny.

3. Způsob podle bodu 1, vyznačený tím, že azeotropické sušení v reakčním zařízení se s výhodou provádí jen tehdy, přesahuje-li obsah vlhkosti směsi 0,05 % hm.