



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

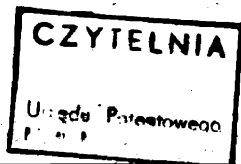
Zgłoszono: 27.12.77 (P. 203457)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 02.07.79

Opis patentowy opublikowano: 15.11.1981

Int. Cl.² C07C 69/54



Twórcy wynalazku: Stefan Kupiec, Andrzej Tarnowski, Józef Kupiec,
Andrzej Bachowski

Uprawniony z patentu: Zakłady Azotowe im. Feliksa Dzierżyńskiego,
Tarnów (Polska)

Sposób zapobiegania polimeryzacji estrów kwasu akrylowego

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób zapobiegania polimeryzacji estrów kwasu akrylowego podczas oczyszczania ich od alkoholu metodą destylacji ekstrakcyjnej z wodą oraz podczas skraplania i rozdziału faz. Estry kwasu akrylowego bardzo łatwo polimeryzują w procesie syntezy i oczyszczania, gdzie występują razem z wodą w fazie ciekłej lub gazowej.

Stosowanie samych, powszechnie znanych inhibitorów polimeryzacji, głównie hydrochinonu, parametoksyfenolu lub innych jest skuteczne jedynie w przypadku czystych estrów podczas ich przechowywania, transportu lub przerobu.

Natomiast inhibitory te nie zapobiegają polimeryzacji estrów w mieszaninach z wodą, szczególnie w wyższych temperaturach, na przykład podczas skraplania par.

Celem zapobieżenia polimeryzacji estrów akrylowych w środowisku wodnym stosuje się obok właściwych inhibitorów także związki jak pirofosforan sodu, trójpolifosforan sodu, sześciometafosforan sodu, krzemiany sodu lub potasu.

Stosowanie wspomnianych fosforanów i krzemianów w obecności inhibitorów skutecznie zapobiega polimeryzacji w warunkach dużego nadmiaru wody w stosunku do estru. Są one jednak nieskuteczne w układach o małej zawartości wody nasyconej estrem akrylowym a to na skutek małej

2

rozpuszczalności tychże fosforanów względnie krzemianów.

5 Zastosowanie wspomnianych inhibitorów oraz fosforanów względnie krzemianów w procesie destylacji ekstrakcyjnej estrów akrylowych nie zapobiega polimeryzacji tych estrów po odparowaniu azeotropu estru i wody i jego kondensacji na powierzchniach metalowych w skraplaczach a także rozdzielaczach fazy wodnej od fazy estrowej. Nieznaczna ilość wody pozostała po wykropleniu par, zawieszona w fazie estrowej i nasycona estrem, tworzy emulsję, w której łatwo zachodzi polimeryzacja.

15 Celem wynalazku jest sposób, który by zapobiegał skutecznie polimeryzacji estrów akrylowych w szczególności na ścianach aparatury stosowanej przy ekstrakcyjnej destylacji estrów z roztworów wodno-alkoholowych.

20 Sposób według wynalazku polega na skraplaniu par azeotropu estru akrylowego i wody w strumieniu schłodzonych kroplin tego azeotropu z dodatkiem inhibitorów oraz substancji o działaniu synergistycznym w postaci kwasu etylenodwuamionoczterooctowego i jego soli sodowych lub soli sodowej kwasu nitrylotrójoctowego, użytych w stosunku do inhibitora 1:1 do 1:0,7, przy czym stężenie inhibitora oraz substancji synergistycznej w masie cieczy skraplającej wynosi korzystnie 0,01—
30 0,07%.

Zaletą wynalazku jest całkowite zapobieganie zarastaniu wnętrza skraplaczy i rozdzielaczy spolieryzowanym estrem akrylowym.

Przedmiot wynalazku objaśniony jest w przykładzie wykonania z powołaniem się na rysunek, który przedstawia ogólny schemat technologiczny.

Oparry z kolumny destylacji ekstrakcyjnej 1 w ilości 53 kg/godz. rurociągiem 2 podawane są do specjalnej dyszy 3, gdzie kondensują się w strumieniu skroplin będących w cyrkulacji i mieszają się z nimi.

Całość skroplin po wymieszaniu jest podawana do chłodnicy 4, gdzie następuje końcowe wykoplenie oparów i schłodzenie cieczy. Woda do chłodzenia wymiennika 4 doprowadzana jest rurociągiem 5 a odprowadzana rurociągiem 6. Ciecz ze skraplacza 4 w ilości 853 kg/godz. rurociągiem 7 spływa do zbiornika przelewowego 8, do którego to zbiornika dozuje się rurociągiem 9 okresowo co 2 godz. inhibitory i związki synergistyczne w ilości 0,03 kg hydrochinonu i 0,02 kg środka synergistycznego.

Temperatura cieczy w zbiorniku przelewowym wynosi 30°C. Z dolnej części zbiornika przelewowego 8 ciecz z rozpuszczonymi inhibitorami i związkami synergistycznymi poprzez rurociąg 10 pobierana jest pompą cyrkulacyjną 11 i poprzez chłodnicę 12 oraz rurociąg 13 podawana jest do dyszy 3. Woda do chłodnicy 12 podawana jest rurociągiem 14 a odpływa rurociągiem 15.

Temperatura cieczy po chłodnicy 12 wynosi 25°C. Ilość cieczy znajdującej się w cyrkulacji wynosi 800 kg/godz. Nadmiar cieczy ze zbiornika przelewowego 8 w ilości 53 kg/godz. rurociągiem

16 podawany jest do rozdzielacza faz 17, w którym następuje rozdzielenie fazy wodnej od fazy organicznej. Faza wodna w ilości 9 kg/godz. rurociągiem 18 kierowana jest jako refluks do kolumny destylacji ekstrakcyjnej 1.

Faza organiczna — ester kwasu akrylowego w ilości 55 kg/godz. rurociągiem 19 kierowany jest do dalszego oczyszczania. Inhibitory i związki synergistyczne rozpuszczone w fazie wodnej podawanej jako refluks do kolumny destylacji ekstrakcyjnej zapobiegają również polimeryzacji estru w górnej części kolumny. Taki układ technologiczny eliminuje całkowicie polimeryzację estrów kwasu akrylowego w kolumnie destylacyjnej oraz w układzie skraplającym.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób zapobiegania polimeryzacji estrów kwasu akrylowego podczas oczyszczania ich od alkoholu metodą destylacji ekstrakcyjnej z wodą oraz podczas skraplania i rozdziału faz z użyciem inhibitorów, **znamienny tym**, że skraplanie par azeotropu estru akrylowego i wody prowadzi się w strumieniu schłodzonych skroplin tego azeotropu z dodatkiem obok inhibitorów także substancji o działaniu synergistycznym w postaci kwasu etylenodwuaminoczwerooctowego i jego soli sodowych lub soli sodowej kwasu nitrylotrójoctowego, użytych w stosunku do inhibitora 1:1 do 1:0,7, przy czym stężenie inhibitora oraz substancji synergistycznej w masie cieczy skraplającej wynosi korzystnie 0,01—0,07%.

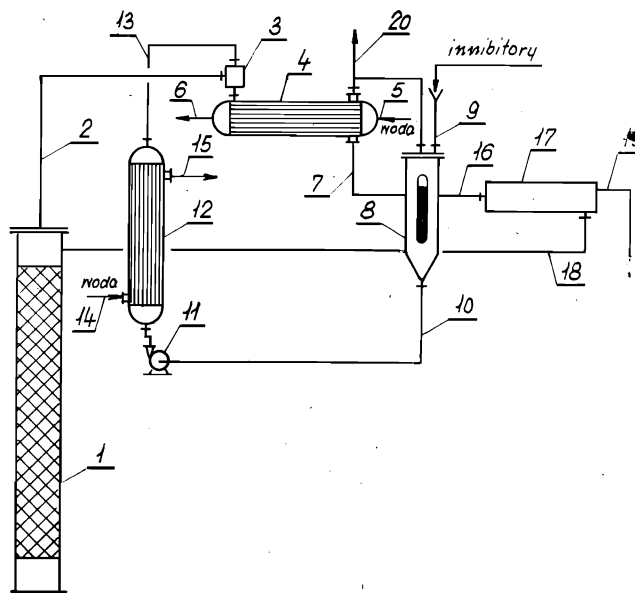


Fig. 1