

ROMANIA

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENTII SI MARCI
Bucuresti



(11) Nr. brevet: **106988 B1**
(51) Int.Cl.⁵ C 07 C 51/64;
C 07 C 53/08

BREVET DE INVENTIE

(12)

Hotarirea de acordare a brevetului de inventie poate fi revocata
in termen de 6 luni de la data publicarii

(21) Nr. cerere: 149052

(61) Perfectionare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: 06.01.92

(62) Divizata din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internationala PCT:
Nr.

(41) Data publicarii cererii:
BOPI nr.

(87) Publicare internationala:
Nr.

(42) Data publicarii hotaririi de acordare a brevetului:
30.08.93 BOPI nr. 8/93

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 59445; SU 566822

(45) Data publicarii brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: Centrul de Cercetări Chimice, Craiova, Işalniţa, judeţul Dolj, RO

(73) Titular: Centrul de Cercetări pentru Ingrăşăminte Chimice, Craiova, judeţul Dolj, RO

(72) Inventatori: Ionescu Ioana, Cioroianu Doina, Săvescu Victoria, RO

(54) Procedeu de purificare a acidului acetic

(57) **Rezumat:** Invenţia se referă la un procedeu de purificare a acidului acetic, prin distilarea produsului recuperat de la fabricarea acetatului de vinil, din acetilenă şi acid acetic, conţinând 91...94% în greutate acid acetic şi alte impurităţi, în instalaţii formate din două coloane de rectificare, de mare eficacitate, montate în serie,

cu separarea produsului final, având 99,3% acid acetic, ca fracţiune laterală, din faza lichidă, la temperatura de 118°C, de la ultima coloană de rectificare. Procedeu asigură obţinerea unui produs de calitate superioară, mărirea randamentului şi reducerea consumurilor de energie.

Revendicări: 1
Figuri: 1

RO 106988 B1



Invenția se referă la un procedeu de purificare a acidului acetic, destinat a fi utilizat în industria chimică, în procesul de sinteză a acetatului de vinil.

În literatura de specialitate sunt cunoscute mai multe procedee de purificare a acidului acetic prin concentrare.

Astfel, sunt cunoscute procedee de purificare a acidului acetic prin concentrare și anume:

- prin fracționare simplă, pentru soluțiile care conțin 50...90% în greutate acid acetic;

- prin deshidratarea azeotropă, pentru soluțiile de 50...90% în greutate acid acetic;

- prin extracție cu solvenți organici, pentru soluțiile ce conțin 20...60% în greutate acid acetic.

De asemenea, pentru îndepărtarea completă a apei prin anhidrizare azeotropă, se utilizează solvenți organici, cum ar fi: acetatul de butil, mono și dieterii alifatici.

Aceste procedee asigură înlăturarea apei din acidul acetic și prezintă dezavantajul că nu se îndepărtează și alți compuși, cum ar fi: acetatul de vinil, crotonaldehida, acetatul de butil, anhidrida acetică și etiliden diacetatul, care nu poate fi utilizat ca atare la sinteza acetatului de vinil, deoarece determină mărirea consumurilor specifice.

Este cunoscut un procedeu pentru prepararea aldehidei formice din acid acetic, aldehidă formică și apă, cu separarea acidului acetic, prin distilarea unui amestec constând din 75...95% acid acetic, 0,5...1,5% apă și 0,5...10% aldehidă formică, procente fiind exprimate în greutate, într-o coloană de rectificare în flux continuu, la presiune atmosferică, temperatura la vârful coloanei fiind de 96...100°C, la un raport de reflux de 0,5...2, cu introducerea unei cantități de 10...20% în greutate apă, în contracurent, cu separarea unei soluții apoase de aldehidă formică, drept produs de vârf și a acidului acetic de puritate 99% în greutate, ca

produs de blaz.

Procedeul asigură îndepărtarea apei din acidul acetic, dar nu poate fi folosit pentru purificarea acidului acetic recuperat de la fabricarea acetatului de vinil din acetilenă și acid acetic, care mai conține și alte impurități, cum ar fi: acetatul de vinil, crotonaldehida, acetatul de butil, anhidrida acetică, etilendiacetatul și altele, care nu pot fi îndepărtate, care pot determina mărirea consumurilor specifice, în cazul folosirii acestuia la sinteza acetatului de vinil.

Este cunoscut, de asemenea, un procedeu de purificare a acidului acetic, prin distilarea produsului recuperat de la fabricarea acetatului de vinil, având un conținut de 96,6% acid acetic, 0,42% crotonaldehidă, 0,18% acetat de vinil, 0,224% acetat de etil, 0,044% benzen, 2,41% anhidridă acetică, 0,13% hidroxid de sodiu și 0,2% polimer, procente fiind exprimate în greutate, în instalații formate din două coloane de rectificare de mare eficacitate, montate în serie, fiecare având câte 40 de talere teoretice, în flux continuu, la presiunea atmosferică, cu alimentarea pe unitatea de transfer nr. 20, la temperatura de 120°C, temperaturile la vârful coloanei fiind 110°C, și în blazurile coloanelor fiind de 127°C, cu introducerea a 0,8Nm³ azot/100ml acid acetic și a apei până la 20% în greutate din materia primă și separarea produsului final, ca produs de blaz din a doua coloană de rectificare.

Procedeul asigură obținerea unui produs de înaltă puritate, dar prezintă dezavantajul unor randamente scăzute, datorită pierderilor din timpul operațiilor de distilare, precum și al unor consumuri mari de energie.

Problema tehnică, pe care o rezolvă invenția, este de a stabili condițiile tehnice de desfășurare a operațiilor de distilare, succesiunea și mijloacele de realizare a acestora, astfel încât să se obțină un produs de înaltă puritate, asigurându-se valorificarea acidului acetic, rămas ne-reacțioat de la fabricarea acetatului de

vinil din acetilenă și acid acetic, cu mărirea randamentului și reducerea consumurilor de energie.

Procedeul, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate, prin aceea că se supune distilării, produsul recuperat de la fabricarea acetatului de vinil din acetilenă și acid acetic, rectificat, în prealabil, având un conținut de 91...94% acid acetic, 0,011...0,1% acetat de vinil, 0,3...0,5% crotonaldehidă, 0,2...0,5% acetat de butil, 0,5...1% anhidridă acetică, 3...6% etiliden diacetat și alte impurități, procente fiind exprimate în greutate, în flux continuu, la presiunea atmosferică, în două coloane de rectificare cu umplutură, fiecare având câte 30 talere teoretice, cu alimentarea primei coloane, pe unitatea de transfer nr:5, la temperatura de 120°C, temperatura la vârful coloanei fiind de 117°C, la o cifră de reflux de 1:5 și temperatura în blaz fiind de 140°C, cu separarea produsului de vârf și introducerea acestuia în a doua coloană de rectificare, pe unitatea de transfer nr:25, temperatura la vârful coloanei fiind de 115°C, la o cifră de reflux de 1:15, iar temperatura în blaz fiind de 122°C, cu separarea produsului final, cu fracție laterală, din fază lichidă, de pe unitatea de transfer nr:10, la temperatura de 118°C.

Procedeul, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- se obține un produs de înaltă puritate ce poate fi utilizat la fabricarea acetatului de vinil;

- se asigură valorificarea acidului acetic, nereacționat, rămas de la fabricarea acetatului de vinil din acetilenă și acid acetic;

- se asigură reducerea consumurilor specifice de materiale și de energie;

- se asigură reducerea cheltuielilor de producție;

- se realizează în instalații existente, fără cheltuieli mari de investiții.

Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a invenției, în legătură și cu figura, care reprezintă schema de flux a

instalației necesare.

Instalația pentru purificarea acidului acetic este constituită din două coloane de rectificare C₁ și C₂, cu eficacitate mare, fiecare având câte 30 talere teoretice, prevăzute cu un blaz, un condensator, un răcitor, un distribuitor de reflux, precum și cu alte utilaje, aparate, dispozitive, echipamente tehnologice și de automatizare cunoscute.

Coloana de rectificare C₁ este prevăzută, de asemenea, cu o conductă 1, pentru fluxul A, de alimentare, cu o conductă 2, pentru fluxul F₁, de la vârful coloanei și conductă 3 pentru fluxul F₂, de la blazul coloanei.

Coloana de rectificare C₂ este prevăzută, de asemenea, cu o conductă 4 pentru fluxul F₃ de la vârful coloanei, cu o conductă 5 pentru fluxul F₄, al produsului final F₄ și o conductă 6, pentru fluxul F₅, de la blazul coloanei, precum și cu conductă 2, pentru alimentarea produsului de vârf de la coloana de rectificare C₁, reprezentând fluxul F₁.

Acidul acetic impurificat, recuperat de la fabricarea acetatului de vinil din acetilenă și acid acetic, se supune rectificării, iar produsul separat cu un conținut de 91...94% acid acetic, 0,011...0,1% acetat de vinil, 0,3...0,5% crotonaldehidă, 0,3...0,5% acetat de butil, 0,5...1% anhidridă acetică, 3...6% etiliden diacetat și alte impurități, procente fiind exprimate în greutate, se alimentează continuu, la presiune atmosferică, prin conductă 1, la unitatea de transfer nr:5 în coloana de rectificare C₁, cu umplutură, de mare eficacitate. La vârful coloanei se colectează un produs care conține acid acetic și produși volatili și care prin conductă 2, se alimentează în coloana C₂, cu umplutură, la unitatea de transfer nr:25.

În blazul coloanei C₁, prin conductă 3 sunt înlăturați din sistem produșii grei.

La vârful coloanei C₂, se colectează, prin conductă 4, un produs îmbogățit în compuși volatili, iar în blaz se colectează, prin conductă 6, un produs care conține 95...96% acid acetic care se recirculă, la

alimentarea coloanei C₁, prin conducta 1.

Acidul acetic purificat se colectează, din faza lichidă, de la unitatea de transfer nr:10, printr-o conductă 5.

1000 g/h acid acetic impurificat (fluxul A) conținând 91,09% acid acetic se introduce într-o coloană de rectificare C₁, cu 30 talere teoretice, cu cifra de reflux 1:5, la P=1 bar, la temperatura de 120°C, pe unitatea de transfer 5.

Fluxul F₁ colectat de la vârful coloanei la 117°C, conține acid acetic și impurități volatile (acetat de vinil, crotonaldehidă, apă) la un debit de 755,64 g/h și se introduce în coloana de rectificare C₂, cu 30 talere teoretice, cu rația de reflux 1/15, la p=1 bar, pe unitatea de transfer nr.25.

Fluxul F₂, având un debit de 244,36 g/h, colectat din blazul coloanei la tem-

peratura de 140°C, conține impurități grele, cum ar fi: acetatul de butil, etilendiacetatul și anhidrida acetică.

Fluxul F₃ colectat la temperatura de 115°C, conține impurități volatile într-un debit de 64,14 g/h.

Fluxul F₄, colectat la unitatea de transfer, din faza lichidă, la temperatura de 118°C, conține fracțiunea acidului acetic pur de 99,3% la un debit de 673,3 g/h.

Fluxul F₅, cu un debit de 14,2 g/h, conține, alături de acid acetic, impurități grele. Fluxul F₅, se reintroduce în proces, în conducta 1 care constituie alimentarea coloanei C₁ (fluxul A).

În cele ce urmează, se prezintă în tabel datele privind compoziția fluxurilor, notate de la F₁ la F₅, pentru purificarea acidului acetic.

Compoziție, %	Nr. flux					
	A	F ₁	F ₂	F ₃	F ₄	F ₅
Acid acetic	91.090	97.950	69.878	88.210	99.300	96.085
Acetat de vinil	0.011	0.014	—	0.172	—	—
Crotonaldehidă	0.378	0.501	—	5.330	0.053	—
Apă	0.029	0.039	—	0.250	0.020	—
Acetat de butil	0.258	0.330	0.033	1.497	0.217	0.475
Anhidridă acetică	1.594	0.552	0.729	0.330	0.321	0.993
Etilidendiacetat	4.850	—	19.857	—	—	—
Compoziție neidentificată	1.790	0.614	9.503	4.211	0.089	2.447

Revendicare

Procedeu de purificare a acidului acetic, prin distilarea acidului acetic, nereacționat, recuperat de la fabricarea acetatului de vinil din acetilenă și acid acetic în flux continuu, la presiune atmosferică, în instalații formate din două coloane de rectificare, de mare eficacitate, montate în serie, caracterizat prin aceea că, produsul recuperat este rectificat, în prealabil și are un conținut de 91...94% acid acetic, 0,11...0,1% acetat de vinil, 0,3...0,5% crotonaldehidă, 0,2...0,5% ace-

25 tat de butil, 0,5...1% anhidridă acetică, 3...6% etilen diacetat și alte impurități, procenteile fiind exprimate în greutate, în flux continuu, la presiune atmosferică, coloanele de rectificare fiind cu umplutură, fiecare având câte 30 de talere teoretice, cu alimentarea primei coloane, pe unitatea de transfer nr:5, la temperatura de 120°C, temperatura la vârful coloanei fiind de 117°C, la o cifră de reflux de 1:5 și temperatura în blaz fiind de 140°C, cu separarea produsului de vârf și introducerea acestuia în a doua coloană de rectificare, pe unitatea de transfer nr:25, temperatura la vârful

106988

7

coloanei fiind de 115°C, la o cifră de reflux de 1:15, iar temperatura în blaz fiind de 122°C, cu separarea produsului

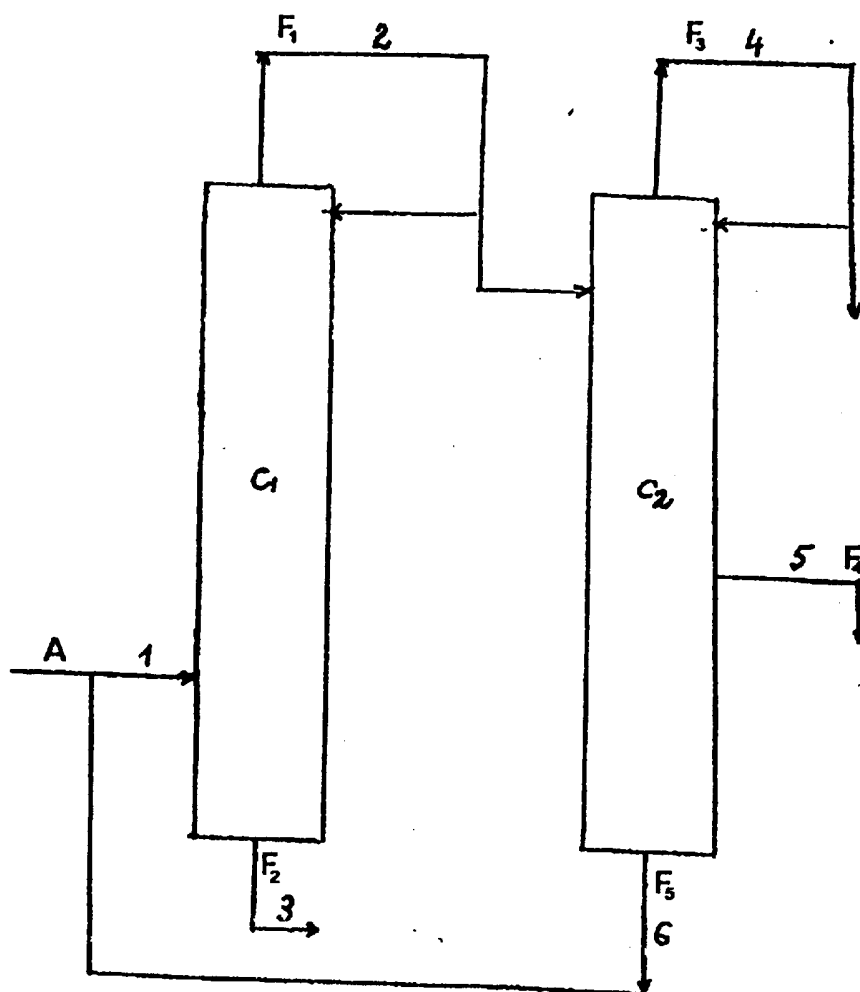
8

final, ca fracție laterală din faza lichidă, de pe unitatea de transfer nr:10, la temperatura de 118°C.

Președintele comisiei de invenții: chim. Novac Maria
Examinator: ing. Ioanițescu Traian

106988

(51) Int. Cl.⁵: C 07 C 51/64;
C 07 C 53/08



Grupa 12

Preț lei 2574