



FEDERÁLNÍ ÚŘAD
PRO VYNÁLEZY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

272 399

(11)

(13) B1

(51) Int. Cl.⁵
B 01 D 11/04

(21) PV 2590-88.V

(22) Přihlášeno 15 04 88

(40) Zveřejněno 14 05 90

(45) Vydáno 21 10 91

(75) Autor vynálezu

JAREŠ JAROSLAV ing. CSc., PRAHA
VYORAL LEOPOLD ing. CSc., KRATUPY NAD VLTAVOU,
JANDOUŘEK VLADISLAV ing. CSc.,
HEYBERGER ALEŠ ing. CSc.,
PROCHÁZKA JAROSLAV doc. ing. DrSc., PRAHA

(54)

Způsob extrakčního sušení vlhkých
organických rozpouštědel

(57)

Způsob extrakčního sušení vlhkých organických rozpouštědel spočívající v tom, že se vlhké organické rozpouštědlo, omezeně mísitelné s etylenglykolem, uvádí s ním za pomoci vibrací do intenzivního protiproudového styku. Počáteční obsah vlhkosti v etylenglykolu musí být menší než 0,05 % hm. Vlhkost se z etylenglykolu odstraní vakuovou rektifikací. Uvedeným způsobem lze sušit např. metyltercbutyleter a jiné vyšší etery, vyšší alkoholy, estery těchto alkoholů a mastných kyselin nebo vyšší ketony. Poměr hmotnostních proudů organického rozpouštědla a etylenglykolu je v rozsahu 1 až 3, s výhodou 1,5 až 2.

Vynález se týká způsobu extrakčního sušení vlhkých organických rozpouštědel. Navrženým způsobem lze dalekosáhle zbavit vlhkosti různá organická rozpouštědla, která jsou omezeně rozpustná v etylenglykolu, ale vykazují určitou rozpustnost pro vodu.

Různé chemické syntézy se provádějí v prostředí bezvodých organických rozpouštědel, v nichž jsou výchozí látky, popřípadě produkty dobře rozpustné. Patří sem i katalytické procesy homogenní, při kterých je katalyzátor rozpuštěn, nebo heterogenní s katalyzátorem jemně rozptýleným v organickém rozpouštědle. Volba rozpouštědla může záviset jednak na jeho schopnosti rozpouštět uvedené složky, jednak na jeho bodu varu, provádí-li se udržování reakční teploty odpařováním rozpouštědla, popřípadě na jeho afinitě k reaktantům, která může ovlivňovat průběh reakce. Reakce, jejichž průběh je nepříznivě ovlivněn vlhkostí, často samy produkují vodu jako vedlejší zplodinu, popřípadě přichází rozpouštědlo do styku s vodou během separace reakční směsi. Je potom třeba do procesu generace rozpouštědla zařadit i vhodnou sušicí operaci. Příklady takových rozpouštědel jsou vyšší estery, vyšší alkoholy, estery těchto alkoholů a mastných kyselin nebo vyšší ketony, které jsou omezeně rozpustné ve vodě a v určité míře samy vodou rozpouštějí. Tyto látky jsou často také omezeně rozpustné v etylenglykolu.

Sušení vlhkých organických rozpouštědel lze v různých případech provádět různými metodami, například azeotropickou nebo extraktivní destilací, odvodňováním koncentrovaným louhem sodným a případným dosušováním tuhým hydroxidem sodným.

Azeotropická destilace je někdy zcela neschůdná, jak je tomu například v případě azeotropu s minimálním bodem varu a nižší koncentrací vody, než odpovídá rozpustnosti vody v organickém rozpouštědle. Ale i v případě, kdy je tento způsob teoreticky přípustný, dosahuje se dobrého vysušení často za cenu vysoké rektifikační účinnosti a značné spotřeby energie. Lze tedy uzavřít, že azeotropická reaktifikace za pomoci třetí látky jednak vyžaduje regeneraci této látky další reaktifikací a může vést i k nežádoucí kontaminaci organického rozpouštědla.

Výhodnější bývá v těchto případech extraktivní rektifikace, protože lze používat v roli extrakčního činidla kapalinu s dostatečně vysokým bodem varu, aby byla separace organického rozpouštědla a extrakčního činidla snadná. Nicméně zahrnuje také tato operace dvojí rektifikaci a tedy značnou spotřebu energie.

Sušení extrakcí vlhkosti koncentrovaným louhem lze provádět jen u rozpouštědel, která se nerozpouštějí v alkalickém prostředí a netvoří s hydroxidem sodným adukty. Sušení tímto způsobem však není dokonalé a vyžaduje dosušování tuhým hydroxidem sodným. Operaci je třeba z ekonomických důvodů doplnit regenerací hydroxidu sodného, která je nákladná. Dále je třeba zabránit přístupu vzduchu, a tím kysličníku uhlíčitého, který hydroxid sodný znehodnocuje. Další nevýhodou uvedeného způsobu je korozivnost prostředí.

Podstata způsobu extrakčního sušení vlhkých organických rozpouštědel podle vynálezu spočívá v tom, že se vlhké organické rozpouštědlo, omezeně mísitelné s etylenglykolem, uvádí za pomoci vibrací do intenzivního protiproudého styku s etylenglykolem s počátečním obsahem vlhkosti menším, než 0,05 % hmot. Poměr hmotnostních průtoků organického rozpouštědla a etylenglykolu je v rozsahu 1 až 3, s výhodou 1,5 až 2.

Mezi organická rozpouštědla omezeně mísitelná s etylenglykolem, která lze sušit způsobem podle vynálezu, patří například metylterc.butyleter a jiné vyšší etery, vyšší alkoholy, estery těchto alkoholů a mastných kyselin a vyšší ketony.

Vlhký etylenglykol se zbaví vody do požadovaného stupně vakuovou rektifikací a vysušené rozpouštědlo lze znovu použít v příslušném technologickém procesu. Pokud by byla v procesu na závadu přítomnost rozpuštěného etylenglykolu v rozpouštědle, lze ho oddělit oddestilováním rozpouštědla.

Způsob podle vynálezu odstraňuje řadu nevýhod dosavadních způsobů. Ve srovnání se sušením hydroxidem sodným odstraňuje nebezpečí koroze, možnost rozkladu rozpouštědla v alkalickém prostředí a vysokou náročnost regenerace hydroxidu sodného.

Ve srovnání s azeotropickou a extraktivní destilací rozšiřuje navržený postup počet organických rozpouštědel, která lze sušit a u těch, která lze zbavovat vody, například některou z destilačních metod, snižuje energetické nároky a umožňuje dosáhnout vyššího stupně vysušení organického rozpouštědla.

Navrhovaný způsob bude ilustrován s pomocí příkladů, které však nevyčerpávají možnosti provedení způsobu podle vynálezu.

Příklad 1

Vlhký metyltercbutyleter po kopolymeraci při výrobě tekutých a termoplastických kaučuků obsahoval 2,87 % hmot. vody a 3,57 % hmot. metanolu. Byl kontaktován v protiproudé extrakční koloně s vibrujícími perforovanými patry o průměru 5 cm a výšce 4 m s etylenglykolem obsahujícím 0,02 % hmot. vody. Poměr objemových průtoků metyltercbutyleteru a etylenglykolu byl $700 \text{ cm}^3/\text{min} : 350 \text{ cm}^3/\text{min}$. Rozkmit pater byl 0,4 cm a frekvence kmitů byla 4,2 Hz. Vysušený metyltercbutyleter obsahoval 0,003 % hmot. vody, 0,014 % hmot. metanolu a 3,75 % hmot. etylenglykolu. Etylenglykol vystupující z extrakce obsahoval 3,76 % hmot. vody, 4,32 % hmot. metanolu a 8,93 % hmot. metyltercbutyleteru.

Příklad 2

Vlhký metyltercbutyleter po kopolymeraci při výrobě tekutých a termoplastických kaučuků obsahoval 2,87 % hmot. vody a 3,57 % hmot. metanolu. Tento roztok byl dvojnásobně kontaktován etylenglykolem v míchané nádobě, vždy v objemovém poměru metyltercbutyleteru : etylenglykolu 2 : 1. Po prvním kontaktu obsahovala rafinátová, metyltercbutyleterová, fáze 0,50 % hmot. metanolu a 0,06 % hmot. vody. Po druhém kontaktu etylenglykolem ve stejném poměru měl sušený metyltercbutyleter složení: 96,33 % hmot. metyltercbutyleter, 0,055 % hmot. metanolu, 0,025 % hmot. vody a 3,59 % hmot. etylenglykolu, přičemž složení extraktu je: 7,51 % hmot. metyltercbutyleteru, 0,185 % hmot. metanolu, 0,35 % hmot. vody a 91,96 % hmot. etylenglykolu.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob extrakčního sušení vlhkých organických rozpouštědel, například metyltercbutyleter nebo jiné vyšší etery, vyšší alkoholy, estery těchto alkoholů a mastných kyselin nebo vyšší ketony, vyznačující se tím, že se vlhké organické rozpouštědlo, omezeně mísitelné s etylenglykolem, uvádí za pomoci vibrací do intenzivního protiproudého styku s etylenglykolem s počátečním obsahem vlhkosti menším než 0,05 % hmot., přičemž poměr hmotnostních průtoků organického rozpouštědla a etylenglykolu je v rozsahu 1 až 3, s výhodou 1,5 až 2.