



(12)

BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2005 00699**

(22) Data de depozit: **11.08.2005**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **28.11.2008** BOPI nr. 11/2008

(41) Data publicării cererii:

28.02.2007

BOPI nr. 2/2007

(73) Titular:

• **OLTCHIM S.A., STR. UZINEI, NR. 1,
RÂMNICU-VÂLCEA, JUDEȚUL VÂLCEA,
RO**

(72) Inventatori:

• **STRATULĂ COSTICĂ, CALEA VICTORIEI,
NR. 102-108, BL. ALBA, AP. 1, BUCUREȘTI,
RO;**

• **ROIBU CONSTANTIN,
STR. TUDOR VLADIMIRESCU, NR. 22,
BL. 3, SC. A, AP. 6, RÂMNICU-VÂLCEA,
JUDEȚUL VÂLCEA, RO;**

• **PREOTEASA VERONICA,**

**CALEA LUI TRAIAN, NR. 82, BL. S9, SC. D,
AP. 2, RÂMNICU-VÂLCEA,
JUDEȚUL VÂLCEA, RO;**

• **ICHIM HORIA, STR. N.TITULESCU,
NR. 15, BL. H3, SC. E, AP. 5, ZONA NORD,
RÂMNICU-VÂLCEA, JUDEȚUL VÂLCEA,
RO;**

• **DUMITRACHE FLORIN,
STR. RUBINULUI, NR. 2, BL. A52, SC. A,
AP. 10, RÂMNICU-VÂLCEA RO**

(56) Documente din stadiul tehnicii:

RO 117252; GB 1353469

(54) **PROCEDEU DE SEPARARE AVANSATĂ A 1,2
DICLORPROPANULUI DE 2,2'-DICLORDIIZOPROPILETER**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de separare a 1,2-dicloropropanului de 2,2'-diclordiizopropileterul din reziduul obținut la distilarea propenoxidului, prin fracționare azeotropă, într-o coloană care funcționează

la presiune atmosferică și folosește drept antrenant azeotropic apa.

Revendicări: 1

Figuri: 1



RO 122020 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de separare avansată a 1,2-diclorpropanului
2 de 2,2'-diclordiizopropileter din reziduu obținut din instalația de separare a 1,2-diclorpropanului,
3 reziduu în care predomină componentul 2,2'-diclordiizopropileter.

4 În procesul de fabricare a propenoxidului (PO) prin procedeul de clorhidrinare a propenei rezultă produși secundari dintre care 1,2-diclorpropanul (1,2-DCP) și 2,2'-diclordiizopropileterul (2,2'-DCDIPE) intervin cu ponderea cea mai mare.

6 Brevetul **RO 117252 B1** descrie un procedeu de obținere a propenoxidului prin care amestecul rezidual rezultat la baza coloanei de distilare finală a PO (amestec cunoscut și sub numele de 1,2-DCP brut) se supune procesului de fracționare în două coloane succesive. Pe la vârful celei de-a doua coloane de fracționare se obține 1,2-DCP pur, iar pe la baza acesteia, se obține un reziduu format în principal din 1,2-DCP și 2,2'-DCDIPE.

7 Conform brevetului amintit, cea de-a doua coloană de fracționare operează în vacuum, deoarece temperatura normală de fierbere a 2,2'-DCDIPE este ridicată (182,6°C), iar la temperaturi mai mari de 120...130°C în baza coloanei, unde predomină componentul 2,2'-DCDIPE, au loc descompuneri termice cu formare de acid clorhidric, care ar conduce la corozivitatea utilajelor. Pentru evitarea acestui lucru, mai precis pentru limitarea temperaturii din baza coloanei la 120°C, în afară de realizarea vacuumului corespunzător trebuie să se reducă și gradul de recuperare a 1,2-DCP care are o temperatură normală de fierbere mult mai mică de 96,2°C. Datorită celor menționate mai sus, pe la baza coloanei de recuperare a 1,2-DCP rezultă un reziduu care mai conține încă 20...30% greutate DCP. Teoretic, este posibil ca acest conținut final de 1,2-DCP să fie redus la concentrații mult mai mici, dar acest lucru necesită atât un vacuum mult mai avansat, cât și condiții mult mai severe (temperaturi mai scăzute) de condensare a vaporilor de 1,2-DCP de la vârful coloanei de fracționare, în vederea formării refluxului necesar procesului.

11 Dezavantajele acestui procedeu convențional de recuperare a 1,2-DCP de 2,2'-DCDIPE în vacuum avansat sunt următoarele:

12 - necesită un sistem de vacuum pretențios și costisitor, iar cheltuielile energetice sunt mari;

13 - necesită o mentenanță deosebită pentru păstrarea etanșeității coloanei de fracționare, dar și a utilajelor anexe (condensator, vas de reflux și reîncălzitor);

14 - operarea coloanei de fracționare la un vacuum avansat necesită folosirea de solă sau apă răcită la circa 5°C cu agenți frigorifici pentru condensarea vaporilor de 1,2-DCP de la vârful coloanei de fracționare, în vederea formării refluxului necesar procesului de separare, ceea ce conduce la cheltuieli suplimentare de investiție și de operare.

15 Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în furnizarea unui procedeu de separare a 1,2-diclorpropanului de 2,2'-diclordiizopropileter cu recuperarea în proporție avansată a 1,2-diclorpropanului din blazul rezultat la fracționarea 1,2-diclorpropanului brut. Acest lucru se realizează prin distilarea azeotropă la presiune atmosferică a reziduuului obținut la baza coloanei de fracționare a produselor secundare rezultate în procedeul de obținere a propenoxidului prin clorhidrinarea propenei.

16 Procedeul de separare avansată a 1,2-diclorpropanului de 2,2'-diclordiizopropileter din reziduu obținut la distilarea fracționată a 1,2-diclorpropanului brut, rezultat în procedeul de clorhidrinare a propenei, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate prin aceea că fluxul lichid rezidual, constituit în principal din 20...28% 1,2-diclorpropan și 70-80% 2,2'-diclordiizopropileter, alimentează talerul teoretic 6-10 al unei coloane de fracționare azeotropă împreună cu un flux de apă ca antrenant azeotropic, dar numai la pornirea procesului, în proporție de 5...15% apă față de fluxul lichid rezidual din alimentare, iar în urma fracționării azeotrope, la presiune atmosferică, rezultă un flux de heteroazeotrop în faza

RO 122020 B1

vapori pe la vârful coloanei, format din până la 12% apă și 88% 1,2-diclorpropan, la temperatura de 78°C, care se condensează total și se răcește la 40°C, după care amestecul lichid eterogen rezultat se separă mecanic în vasul de reflux, faza superioară apoasă se trimite ca reflux la vârful coloanei de fracționare azeotropă, iar faza lichidă inferioară, formată din 1,2-diclorpropan cu 0,2...0,4% apă, se anhidrizează, fie prin fracționare obișnuită, fie prin adsorbție pe sită moleculară, silicagel, clorură de calciu, oxid de calciu etc., în timp ce amestecul rezidual eterogen de la baza coloanei de fracționare azeotropă, constituit din 90-95% 2,2'-dicloroizopropileter, 10-5% 1,2-diclorpropan și 5...12% apă față de conținutul de 2,2'-dicloroizopropileter și 1,2-diclorpropan cu o temperatură de 100...120°C, se răcește, se separă mecanic, faza apoasă superioară se recirculă sau se elimină, iar faza lichidă inferioară, constituită din 2,2'-dicloroizopropileter, se trimite la depozitare în vederea valorificării ulterioare.	1
Invenția prezintă următoarele avantaje:	13
- realizează separarea avansată a 1,2-DCP din amestecul format cu 2,2'-DCDIPE, ceea ce conduce la o recuperare avansată a 1,2-DCP (peste 90%), simultan cu obținerea unui 1,2-DCP foarte pur (peste 99%);	15
- se elimină necesitatea folosirii unui sistem de vid pentru separarea avansată, deoarece distilarea azeotropă are loc la presiune atmosferică, fiind diminuate cheltuielile de investiții și consumurile energetice;	19
- permite păstrarea unui nivel de temperatură scăzut la baza coloanei (de regulă 100...115°C), chiar dacă se lucrează la presiunea atmosferică.	21
În continuare, se prezintă un exemplu nelimitativ de realizare a invenției, în legătură cu figura care reprezintă schema tehnologică a procedurii de separare avansată a 1,2-DCP de 2,2'-DCDIPE.	23
Conform schemei tehnologice din figură, amestecul lichid rezidual format din 25% masă 1,2-Diclorpropan (DCP) și 73% masă 2,2'-Dicloroizopropileter (DCDIPE) alimentează coloana CL-1 de fracționare azeotropă pe talerul teoretic 6-10 cu ajutorul pompei P1 . Pentru separarea prin fracționare azeotropă a 1,2-DCP de 2,2'-DCDIPE, în fluxul de alimentare a coloanei se introduce, ca antrenant azeotropic, un flux de apă A1 , în proporție de 10% greutate față de fluxul de alimentare. Se menționează faptul că acest flux de antrenant azeotropic (apă) se introduce numai la începutul operației deoarece, pe parcursul acesteia, necesarul de apă se recirculă din vasul de reflux V1 și din vasul separator V2 . Deoarece 1,2-DCP formează cu apa un heteroazeotrop cu temperatură minimă de fierbere (78°C), pe la vârful coloanei de fracționare azeotropă CL-1 se va obține un flux de vapori de heteroazeotrop apă-1,2-DCP la presiunea atmosferică și cu temperatura de circa 78°C. Acest flux de vapori de heteroazeotrop se condensează total în condensatorul S1 la temperatura de 40°C, după care cele două faze lichide, formate în urma condensării totale a vaporilor, se separă mecanic în vasul de reflux V1 . După separarea mecanică, faza lichidă superioară, constituită practic din apă, se trimite ca reflux la vârful coloanei CL-1 cu ajutorul pompei P2 , iar faza lichidă inferioară, constituită practic din 1,2-DCP, se trimite cu ajutorul pompei P3 la un sistem de anhidrizare fie prin fracționare, fie prin adsorbție pe sită moleculară, silicagel, clorură de calciu, oxid de calciu etc.	25
Pe la baza coloanei de fracționare azeotropă CL-1 se obține un amestec-lichid rezidual, heterogen, format practic din 8% masă apă și 2,2'-DCDIPE cu temperatura de 100...120°C. Acest amestec lichid heterogen, după ce părăsește reținerul R al coloanei CL-1 , alimentează răcitorul S2 și apoi vasul separator V2 , unde se separă cele două faze lichide practic nemiscibile: faza lichidă superioară, formată din apă, se recirculă cu pompa P5	27
	29
	31
	33
	35
	37
	39
	41
	43
	45
	47

RO 122020 B1

1 în fluxul de alimentare al coloanei **CL-1** sau se elimină la canal, iar faza lichidă inferioară,
formată din 2,2'-DCDIPE, se trimite, cu ajutorul pompei **P4** la un vas de depozitare, în
3 vederea utilizării ulterioare.

5 Revendicare

7 Procedeu de separare avansată a 1,2-diclorpropanului de 2,2'-diclordiizopropileter
din reziduul obținut la distilarea fracționată a 1,2-diclorpropanului brut, rezultat în procedeul
9 de clorhidrinare a propenei, **caracterizat prin aceea că** fluxul lichid rezidual, constituit în
principal din 20...28% 1,2-diclorpropan și 70-80% 2,2'-diclordiizopropileter, alimentează
11 talerul teoretic 6-10 al unei coloanei de fracționare azeotropă împreună cu un flux de apă ca
antrenant azeotropic, dar numai la pornirea procesului, în proporție de 5...15% apă față de
13 fluxul lichid rezidual din alimentare, iar în urma fracționării azeotrope, la presiune
atmosferică, rezultă un flux de heteroazeotrop în faza vapori pe la vârful coloanei, format din
15 până la 12% apă și 88% 1,2-diclorpropan, la temperatura de 78°C, care se condensează
total și se răcește la 40°C, după care amestecul lichid heterogen, rezultat, se separă mecanic
17 în vasul de reflux, faza superioară apoasă se trimite ca reflux la vârful coloanei de fracționare
azeotropă, iar faza lichidă inferioară, formată din 1,2-diclorpropan cu 0,2...0,4% apă, se
19 anhidrizează, fie prin fracționare obișnuită, fie prin adsorbție pe sită moleculară, silicagel, clo-
rură de calciu, oxid de calciu etc., în timp ce amestecul rezidual eterogen de la baza coloanei
21 de fracționare azeotropă, constituit din 90-95 % 2,2'-diclordiizopropileter, 10-5% 1,2-diclor-
propan și 5...12% apă față de conținutul de 2,2'-diclordiizopropileter și 1,2-diclorpropan cu
23 o temperatură de 100...120°C, se răcește, se separă mecanic, iar faza apoasă superioară
se recirculă sau se elimină, iar faza lichidă inferioară, constituită din 2,2'-diclordiizopropileter,
25 se trimite la depozitare în vederea valorificării ulterioare.

