NORGE

(12) **PATENT**

(19) NO (11) **300576** (13) B1

(51) Int Cl^6 B 01 D 3/34, C 07 C 41/06

Patentstyret

(21) Søknadsnr	924828	(86) Int. inng. dag og søknadsnummer	
(22) Inng. dag	14.12.92		
(24) Løpedag	14.12.92	(85) Videreføringsdag	
(41) Alm. tilgj.	17.06.93	(30) Prioritet	16.12.91, FR, 9115690
(45) Meddelt dato	23.06.97		

(73) Patenthaver Institut Français du Pétrole, 4, avenue de Bois Préau, F-92502 Rueil-Malmaison, FR

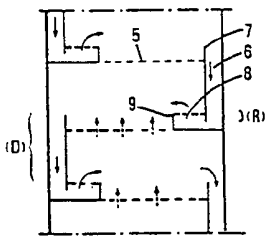
(72) Oppfinner Lionel Asselineau, Paris, FR
Paul Mikitenko, Noisy le Roi, FR
Jean-Charles Viltard, Marly le Roi, FR
Massimo Zuliani, Rueil-Malmaison, FR

(74) Fullmektig Sigrun E. Græsbøll, Bryn & Aarflot AS, 0104 OSLO

(54) Benevnelse **Fremgangsmåte for reaktiv destillasjon**

(56) Anførte publikasjoner CA 2043819, US 2762683, US 4471154

(57) Sammendrag



Det beskrives en reaktiv destillasjonsprosess som i den samme innelukkede anordning gjør det mulig å gjennomføre en katalytisk reaksjon og ved destillasjon å isolere det produkt som skal oppnås, hvor den flytende fase som inneholder reagensene beveger seg fra bunnen mot toppen av minst ett katalysatorskikt, uten at dampfasen fra destillasjonen går gjennom disse katalysatorskikt. Disse driftskarakteristikker finner sted i en reaktiv destillasjonssone (C), som omfatter en avvekslende anordning av destillasjonsceller (D), som har én eller flere plater (5), og reaksjonsceller (R), som inneholder katalysatorskiktene og som er konstruert på en slik måte at den flytende fase som strømmer fra en destillasjonsplate (5) strømmer over et overløp (7) og gjennom et nedoverrettet rør (6) og når bunnen av katalysatorskiktet (8), går gjennom dette skikt i en oppoverrettet strøm og får så strømme over en destillasjonsplate (5) i den følgende destillasjonscelle (D), slik at destillasjonsdamp som sirkulerer fra bunnen til toppen gjennom destillasjonsplatene (5) ikke går gjennom disse reaksjonsceller (R). Hver reaksjonscelle (R) er fysisk adskilt fra den/de nærliggende destillasjonscelle(r) (D). Fremgangsmåten og apparatet som beskrives kan spesielt anvendes for syntesereaksjoner for å oppnå tertiære alkyletere ved reaksjon mellom alifatiske monoalkoholer (metanol, etanol) og isoolefiner (isobuten, isopenten).

Oppfinnelsen angår en fremgangsmåte for reaktiv destillasjon, eller katalytisk destillasjon dersom den kjemiske reaksjon finner sted i nærvær av en katalysator.

Fremgangsmåten anvendes mer spesielt for fremstilling av tertiære alkyletere, så som metyl-tert.-butyleter (MTBE), metyl-tert.-amyleter (TAME), etyl-tert.-butyleter (ETBE) eller etyl-tert.-amyleter (TAEE), ved katalytisk reaksjon av det passende olefin (isobuten eller isopenten) eller den passende alkohol (metanol eller etanol) som en funksjon av det spesielle tilfelle.

Den kan også anvendes for alkylering av benzen ved katalytisk reaksjon med det passende olefin, f.eks. etylen eller propylen, for å danne det korresponderende alkylbenzen, f.eks. etylbenzen eller isopropylbenzen.

Når det mer spesielt gjelder foretringsreaksjoner ved reaktiv destillasjon, er forskjellige prosesser allerede foreslått i tidligere kjent teknikk, og spesielt i US-A 3 629 478, EP-A 008 860, FR-A 2 503 700 og FR-B 2 628 737.

I US-A 3 629 478 beskrives anvendelse av destillasjonsplater og bare løs anbringelse av katalysatoren i væsken nedover i rørene fra destillasjonsplatene, for å unngå den forstyrrende virkning av dampfasen gjennom katalysatoren. Nærværet av katalysatoren i slike nedenforliggende rørledninger fører imidlertid til et trykktap, slik at væsken fortrinnsvis strømmer nedover i motstrøm i åpningene som er tilveiebrakt for dampen i arbeidsplaten i hver destillasjonsplate i stedet for å gå gjennom katalysatoren, som derfor er plassert utenfor kretsen.

EP-B 0 008 860 foreslår anvendelse av en destillasjonskolonne fylt med en passende katalysator for fremstilling av metyl-tert.-butyleter (MTBE), hvor katalysatoren også virker som et fyllmateriale for destillasjonen, slik at MTBE dannes og på samme tid skilles fra bestanddelene som har 4 karbonatomer. Selv om den beskrevne prosess fører til et betydelig teknisk bidrag innen området reaktiv destillasjon, er kontakten mellom den flytende fase og katalysatoren uregelmessig i varierende grad som et resultat av den forstyrrende virkning av dampfasen.

FR-B 2 503 700 foreslår anvendelse av en serie katalytiske trinn med en oppoverrettet damp/væske-sirkulasjon i katalysatorskiktet, idet katalysatoren er neddykket. Destillasjonseffekten er imidlertid ikke så god som forventet. Videre kan det oppstå et hydrodynamisk problem, fordi det på grunn av tyngdekraften ikke lenger vil være lett for væsken å stige opp gjennom hvert katalysatorskikt.

FR-B 2 628 737 foreslår en teknologi for å tilveiebringe en alternering av destillasjonen og reaksjonssonene på en slik måte at bare den flytende fase strømmer gjennom katalysatorskiktet i en reaksjonssone i nedoverrettet retning. Denne teknologi har den ulempe at det for optimal drift kreves at hver destillasjonssone i tillegg til én eller flere konvensjonelle destillasjonsplater har en fordelingsplate og en gjenfordelingsplate for væsken, noe som øker kolonnens høyde og derfor kostnadene.

Kanadisk patentsøknad CA-A 2 043 819 beskriver en reaktiv destillasjonskolonne som har en sone hvor det i motstrøm finner sted en katalytisk reaksjon og separasjon ved destillasjon av produktene fra reaksjonen, idet denne sone har reaksjons-"plater" som understøtter en spesiell katalysator, og destillasjonsplater, mer spesielt av den "koblede"-bobleplatetype, hvor reaksjonsplatene ved hjelp av en kontinuerlig flytende masse fører til at katalysatoren i den nedre sone og destillasjonsplatene i den øvre sone er neddykket. Reaksjonen har en stablet anordning for tilførsel av damp som stiger opp fra sonen anbrakt under den "koblede" montasje til en dampfordeler anbrakt under destillasjonsplaten. Høyden av den flytende masse mellom reaksjonsplaten og destillasjonsplaten må være avpasset slik at det unngås medføring av katalysatorpartikler. Den flytende fase strømmer fra den øvre del av den koblede sammenstilling ved å strømme over et overløp gjennom et nedoverrettet rør enten til en konvensjonell destillasjonsplate eller til en annen "koblet" sammenstilling anbrakt under den "koblede" sammenstilling det her dreier seg om. På samme måte tilføres det til reaksjonsplaten i en koblet sammenstilling gjennom et nedoverrettet rør flytende fase som resulterer fra overstrømming av en overstrøm enten fra en konvensjonell destillasjonsplate eller fra en annen

"koblet" sammenstilling anbrakt under den "koblede" sammenstilling det her dreier seg om.

Sammenfattet består den "koblede" sammenstilling som er beskrevet i dette dokument, av en bobleplate hvor katalysatoren er anbrakt i bunnen, idet den oppstablede bobleanordning er blitt utvidet under hensyn til nærværet av katalysatormassen og dens høyde.

Det er nå blitt oppdaget en fremgangsmåte hvor det anvendes en konfigurasjon slik at reaksjonssonene som alternerer med destillasjonssonene er tydelig adskilt fra sistnevnte, dvs. uten en kontinuerlig flytende masse mellom en reaksjonssone og en tilgrensende destillasjonssone. En slik konstruksjon gjør det mulig å oppnå uavhengighet av nærværet av en stor flytende masse som utgjør en betydelig tilbakeholdelsesanordning for vann, og som krever en høyere og tyngre kolonne, noe som fører til høyere installasjonskostnader. Videre skal det i den følgende beskrivelse vises at konfigurasjonen fører til større fleksibilitet ved anordningen av de forskjellige soner (reaksjon og destillasjon) i kolonnen.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen kan anvendes til forskjellige balanserte reaksjoner i flytende fase, hvor det er mulig å isolere reaksjonsproduktet ved destillasjon under de trykk- og temperaturbetingelser som reaksjonen gjennomføres ved. Det kan f.eks. angis isomeringsreaksjoner av paraffiner til isoparaffiner, alkyleringsreaksjoner av aromatiske hydrokarboner og forestringsreaksjoner mellom et isoolefin (f.eks. isobuten og isopenten) og en alifatisk monoalkohol (så som metanol eller etanol).

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen og apparatet for gjennomføring av fremgangsmåten er beskrevet mer detaljert i det følgende i sammenheng med tegningene, hvor fig. 1 skjematisk illustrerer den generelle anordning av den reaktive destillasjonskolonne; figurene 2, 3, 3A og 4 illustrerer konfigurasjonen av destillasjonscellene og reaksjonscellene som i det minste delvis danner en reaktiv destillasjonskolonne ifølge spesielle, eksemplifiserte utførelser, mens fig. 5 er en tegning i større skala av den katalytiske destillasjonscelle i fig. 3.

Generelt sagt er den reaktive destillasjonsprosess ifølge oppfinnelsen kjennetegnet ved at den omfatter kombinasjonen av trekkene

- reaksjon i nærvær av en katalysator, av minst to reagenser som hver er ren eller fortynnet i minst ett fortynningsmiddel, for å fremstille et produkt eventuelt i blanding med minst et fortynningsmiddel og et overskudd av minst en reagens, og medstrøms-separasjon ved destillasjon av reaksjonsproduktet fra reaksjonsblandingen,
- innføring av reagensene hver for seg eller i blandet form ved minst ett nivå i en reaktiv destillasjonskolonne,
- anbringelse av minst én reaksjonscelle som inneholder katalysatoren i form av et sjikt, og
- anbringelse av minst én tilgrensende destillasjonscelle som inneholder minst én destillasjonsplate,
- adskilling av hver reaksjonscelle fra den tilgrensende destillasjonscelle ved hjelp av en sidevegg eller bunn i reaksjonscellen, eller begge deler, slik at det således forhindres en direkte overføring av substans mellom det indre av reaksjonscellene og de tilgrensende destillasjonsceller, idet
- destillasjonsbetingelsene i kolonnen holdes slik at det er en flytende fase og en dampfase i kolonnen,
- minst en del av den flytende fase sirkuleres oppover gjennom katalysatoren i hver reaksjonsjonscelle,
- minst en del av dampfasen i destillasjonen sirkuleres oppover gjennom hver destillasjonscelle, på en slik måte at dampfasen kommer i kontakt med den flytende fase bare i destillasjonscellene og ikke i reaksjonscellene,
- minst én del av reaksjonsproduktet utvinnes ved én ende av den reaktive destillasjonskolonne, og
- minst en del av fortynningsmidlet eller fortynningsmidlene og overskudd av reagens eller reagenser utvinnes ved den andre ende av kolonnen.

Fortrinnsvis sirkuleres all flytende fase i fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen fra bunnen til toppen gjennom katalysatoren som er anbrakt i reaksjonsceller.

På foretrukket måte sirkuleres hele dampfasen i destillasjonen på en slik måte at den bare er i kontakt med den flytende fase i destillasjonscellene og ikke i reaksjonscellene.

Den reaktive destillasjonskolonne som anvendes ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen omfatter i hovedsak tre soner, som vist i fig. 1, nemlig en katalytisk destillasjonssone C, hvor destillasjonen og den kjemiske reaksjon finner sted, idet den ene hjelper den andre, en toppdel S og en bunndel B.

Kolonnetoppen eller kolonnehodet S har minst én konvensjonell destillasjonsplate, og er utstyrt med en rørledning 1 for utførsel av dampene av de mest flyktige bestanddeler og en rørledning 2 for innføring av et flytende tilbakeløp som består av en fraksjon av dampene som kondenseres i varmeveksleren Es.

På samme måte har kolonnens bunndel eller bunn B minst én konvensjonell destillasjonsplate og er utstyrt med en rørledning 3 for avløp av de minst flyktige bestanddeler i flytende form og en rørledning 4 for innføring av gjenkokingsdampen fremstilt ved delvis fordampning av bunnvæsken i varmeveksleren Eb. Den er også utstyrt med én eller flere rørledninger for innføring av alle eller deler av reagensene.

Den katalytiske destillasjonssone C mottar i det indre en flytende fase som tilveiebringes av det tilbakeløp som føres inn på toppen av kolonnen og en dampfase som fremstilles av gjenkokingsdampen som føres inn ved bunnen av kolonnen, samt eksternt og minst ved ett nivå en eventuell ytterligere tilsetning av minst én av de rene eller fortynnede reagenser. Veiene for den flytende fase og dampfasene inne i denne katalytiske destillasjonssone er karakteristisk for oppfinnelsen. Disse veier påtvinges av de alternerende reaksjonsceller R og destillasjonsceller D inne i kolonnen. Den sammensatte del som utgjøres av en reaksjonscelle R og en destillasjonscelle D utgjør en "reaktiv destillasjonscelle".

De reaktive destillasjonsceller som kjennetegner apparatet skal beskrives mer detaljert i henhold til figurene 2, 3, 3A og 4, som illustrerer forskjellige utførelser av destillasjonscellene, og hver av de sistnevnte kan velges som en funksjon av den katalysatormengde som skal anbringes og

som i seg selv bestemmes av den ønskede omvandling for reagensene.

Destillasjonscellene D omfatter én eller flere konvensjonelle destillasjonsplater, som velges fra slike som er kjent av eksperter og som spesielt er perforerte plater, bobleplater og ventilplater.

Generelt omfatter hver av disse plater (figurer 2, 3, 3A eller 4): Minst én diskontinuerlig arbeidsplate, dvs. utstyrt med avbrudd for passasje av dampfasen, idet hver arbeidsplate anvendes for omrøring og blanding av dampfasen og den flytende fase; minst ett nedoverrettet rør (eller avløp) 6, f.eks. anbrakt ved kanten av hver destillasjonsplate, for kondisjonering av væsken og undersøkelse av utstrømmingsregulariteten (væsken som tidligere befant seg på denne arbeidsplate strømmer ut gjennom det nedoverrettede rør) og minst ett overløp (eller liten kant) 7, som danner grense for hvert nedoverrettet rør og som opprettholder et visst væskenivå på platens arbeidsbord og derfor kontrollerer regulariteten for avløpet av væsken fra denne plate.

Reaksjonscellene R har et avsperret område 8 for katalysatoren, og dette område gjennomtrenges fra bunnen til toppen av den flytende fase uten at det gjennomtrenges av damp-destillasjonsfasen, idet sistnevnte bare går gjennom destillasjonscellene D, hvor den er i kontakt med den flytende fase på hver plate.

Katalysatoren som skal anbringes i alle de avgrensede områder 8 kan være i en passende form, spesielt hovedsakelig sylindrisk eller sfærisk form, idet dimensjonene av katalysatorpartiklene kan varieres, f.eks. mellom ca. 0,3 og 20 mm.

I hvert katalysatorskikt kan katalysatoren lukkes inne i ett eller flere væskegjennomtrengelige avlukker, som imidlertid er ugjennomtrengelig(e) for katalysatorpartikler (dvs. at de ikke tillater gjennomgang av de faste katalysatorpartikler), idet disse avlukker f.eks. består av et stoff eller et trådnett med kryssende tråder, i hovedsak laget av metall.

Katalysatoren kan også være løst anordnet i hvert katalysatorskikt. I så fall kan katalysatorskiktet, for å holde katalysatoren på plass og for å forhindre at den blir revet med av væskestrømmen som passerer gjennom den, avgrenses mel-

lom et øvre gitter 16 og et nedre gitter 15, som har finere åpninger enn de minste katalysatorpartikler. Det er fordelaktig dersom det nedre gitter 15 er litt hevet i forhold til reaksjonscellens R bunn, slik at det kan oppstå bedre fordeling av den flytende fase når den går inn i den nedre del av katalysatorskiktet, noe som vist i fig. 5. Dersom katalysatoren er løst anordnet, kan den anvendes i ekspandert eller i fluidisert form. Enten katalysatoren er løst anordnet eller innesluttet i flere kammere, kan den f.eks. utsettes for et gitt vakuumnivå på minst 1/3 og som kan forhøyes til 2/3.

Mer spesifikt (figurer 2, 3 og 3A) mottar det innesluttede område 8 for katalysatoren i en reaksjonscelle R den flytende fase som inneholder reagensene som strømmer ut fra den laveste destillasjonsplate 5 i destillasjonscellen D som er anbrakt like ovenfor, ved at den strømmer over overløpet 7 og gjennom det nedoverrettede rør 6. I området 8, gjennom katalysatorskiktet, beveger den flytende fase seg fra bunnen til toppen og strømmer over den høyeste destillasjonsplate 5 i destillasjonscellen D som er anordnet like under den, ved å strømme over kanten 9 av det innelukkede område 8.

Generelt støter destillasjonsplaten 5 i destillasjonscellen D, dersom sistnevnte bare har én plate, eller den høyeste destillasjonsplate 5 i destillasjonscellen D dersom sistnevnte har mer enn én plate, opp til veggen av det innesluttede område 8 i reaksjonscellen R, som står mot platen i strømningsretningen for den flytende fase. Videre kan det innelukkede område 8 for katalysatoren være konstruert på en slik måte at bunnen er på samme nivå (fig. 2) eller lavere (figurene 3 og 3A) enn destillasjonsplaten 5 som følger etter katalysatorområdet 8 i væskens strømningsretning.

I det tilfelle hvor den samme destillasjonscelle D har mer enn to destillasjonsplater (se fig. 3A), er hele den øvre plate 5 forbundet med plate 14 som ligger like under den ved hjelp av minst ett nedoverrettet rør 13. Den flytende fase strømmer så ved at den strømmer over overløpet 12. I utførelsene beskrevet i henhold til figurene 2, 3 og 3A føres dampfasen i destillasjonen som sirkulerer fra bunn til topp fra en destillasjonscelle D til den øvre destillasjonscelle uten å møte noen hindring, idet den mellomliggende reaksjonscelle

R med sitt lukkede område 8 bare opptar en liten del av kolonnens tverrsnitt.

På en forskjellig måte, i en utførelse som den som er vist i fig. 4, hvor reaksjonscellene R opptar nesten hele kolonnens tverrsnitt, kan den høyest liggende destillasjonsplate i destillasjonscellen D som følger etter reaksjonscellen R, ikke lenger støte sammen med veggen av det innelukkede område 8, men må i stedet anbringes under reaksjonscellene R, og det finnes minst ett nedoverrettet rør 10 for strømmen av den flytende fase fra reaksjonscellen R til destillasjonsplaten 5 og for passasje av dampfasen i destillasjonen minst én passasje 11 anordnet gjennom det innelukkede område 8 i reaksjonscellen R. En slik konfigurasjon anvendes når det er ønsket å ha en stor katalysatormengde i reaksjonscellene R.

Det essensielle kjennetegn ved prosessen og apparatet er at hver reaksjonscelle er adskilt fra den tilgrensende destillasjonscelle eller de tilgrensende destillasjonsceller. Skillet ved hjelp av en ikke-homogen grenseflate består f.eks. i henhold til anordningen av reaksjonscellene, av sideveggen og/eller bunnen av denne, som forhindrer en eventuell direkte overføring av materiale mellom det indre av reaksjonscellene og de tilgrensende destillasjonssoner. Spesielt medfører dette skille at det ikke er noen kontinuerlig væskeforbindelse mellom de to typer av celler.

I oppfinnelsen må det forstås at i den samme katalytiske destillasjonssone C er det mulig å kombinere installasjonen av reaktive destillasjonsceller av forskjellige typer som en funksjon av det involverte destillasjonssone-nivå. Det er således f.eks. mulig å anordne katalysatorcellene slik som vist i fig. 3 i den øvre del av den katalytiske destillasjonssone og celler av den type som er vist i fig. 4 i den nedre del av den samme sone.

Ved drift av kolonnen kan det på grunn av væskens mulige medrivning av fine katalysatorpartikler være fordelaktig å samle opp væsken som strømmer ut av reaksjonscellen R på en uttrekkingsplate som er anbrakt i bunnen av den katalytiske destillasjonssone C, trekke ut denne væske og filtrere den i minst én filtreringsanordning (anbrakt utenfor kolonnen) og

føre den inn på nytt i den katalytiske destillasjonskolonne mellom den posisjon hvor den ble trukket ut og den destillasjonsplate som er anbrakt like under uttrekkingsplaten. Denne filtrering gjør det mulig å eliminere alle mulige katalysatorfragmenter som blir medført av den flytende fase og spesielt forhindre at de blokkerer kolonnens bunn.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen og apparatet for gjennomføring av fremgangsmåten har den fordel at den/det ikke forutsetter innsetting av væske-redistribueringsplater mellom hver reaksjonscelle og den lavereliggende destillasjonscelle, noe som fører til en forenkling og til bedre økonomi ved konstruksjon av kolonner. En annen fordel er at katalysatoren er neddykket i væske og ikke påvirkes av dampfasen fra destillasjonen, slik at den kan drives under optimale betingelser når det gjelder effektivitet.

Videre fører anvendelsen av en oppstigende flytende fasestrøm gjennom katalysatorskiktene til en ekspansjon og en viss bevegelse i skiktene, samt medføring og frigivning av fine partikler med den flytende fase, noe som fører til at tilstopning av katalysatorskiktene unngås. Når det gjelder eksoterme reaksjoner, f.eks. ved syntese av tertiære alkyletere, er det videre en fordel med fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen at den oppstigende strøm av flytende fase gjennom katalysatorskiktene også gjør det mulig på enkel måte å bli kvitt dampfasen som produseres på katalysatoren på grunn av reaksjonsvarmen.

Fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen og apparatet er mer spesielt anvendbare ved foretringsreaksjoner mellom et isoolefin (f.eks. isobuten eller isopenten) og en alifatisk monoalkohol (f.eks. metanol eller etanol) for dannelse av de tilsvarende etere. I det følgende vil et spesifikt eksempel bli beskrevet for anvendelse ved syntese av metyl-tert.-butyleter.

Satsen som inneholder isobutenet består generelt av en C4-fraksjon oppnådd fra dampkrakking, katalytisk krakking eller dehydrogenering av isobutan. I en første reaksjonssone bringes den i kontakt med metanol under velkjente reaksjons-

betingelser. Denne balanserte reaksjon gjør det mulig å omvandle en del av isobutenet (generelt 70 - 90%) til MTBE. Det er blandingen fra denne første sone som så behandles i henhold til den reaktive destillasjonsprosess ifølge oppfinnelsen.

Arbeidet finner sted i en kolonne av den type som skjematisk er vist i fig. 1. Generelt føres satsen F som inneholder isobuten og metanol som ikke er blitt omvandlet, inn ved et nivå like under den aktuelle katalytiske destillasjonssone C. En oppfylling med metanol finner generelt sted like over denne sone C. Denne oppfylling kan også finne sted ved forskjellige punkter langs den katalytiske destillasjonssone.

Det anvendes generelt en katalysator laget av en sulfonert harpikstype, f.eks. en sulfonert divinylbenzen-polystyrenharpiks, med kornstørrelse f.eks. 0,3 - 1,2 mm. Denne katalysator anbringes i kolonnens reaksjonsceller, som beskrevet i det foregående.

Den reaktive destillasjon gjennomføres ved passende betingelser, slik at hydrokarbonene i satsen som ikke er reagert føres ut gjennom rørledning 1 i kolonnetoppen, mens produktet metyl-tert.-butyleter føres ut ved kolonnens bunn gjennom rørledning 3.

De betingelser som vanligvis anvendes er et trykk som f.eks. er mellom 4 og 16 bar. Som en funksjon av det valgte trykk kan temperaturen ved kolonnens bunn være ca. 110 - 170°C og temperaturen ved toppen ca. 40 - 90°C. Tilbakeløpsgraden når det gjelder destillatet holdes normalt mellom 0,5 : 1 og 5 : 1. Denne fremgangsmåte gjør det mulig å omvandle nesten all isobuten og å oppnå MTBE med høy renhet og generelt minst 98 mol%.

Det følgende eksempel illustrerer oppfinnelsen, og i dette eksempel anvendes fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen for behandling av en sats fra en foretringsreaktor, idet satsen har den vektmessige sammensetning som er angitt i den andre kolonne i tabell 1.

Tabell 1

Bestanddel	Sats	Destillat	Rest
Isobuten	4,6	1,4	< 0,02
Butener	33,7	76,7	< 0,2
Butaner	8,1	18,3	< 0,2
Metanol	1,4	3,6	-
MTBE	52	< 0,1	>99
Annet	0,2	-	0,6

Det anvendes en kolonne av rustfritt stål med diameter 5 cm og høyde 350 cm. Den har en øvre sone med syv gjennomhullede destillasjonsplater med et overløp, en reaktiv destillasjonssone med 12 reaktive destillasjonsceller anbrakt i henhold til det prinsipp som er vist i fig. 4, og i hvert tilfelle inneholder disse celler 5 cm^3 av en løs katalysator bestående av en sulfonert harpiks (sulfonert divinylbenzen-polystyrenharpiks, som selges av Rohm & Haas under det registrerte varemerke Amberlyst 15) og en nedre sone som inneholder 16 perforerte destillasjonsplater med et overløp.

Med en strømningshastighet på 1800 g/time tilføres satsen ved nivået for den 29. plate, regnet fra toppen mot bunnen. Det gjennomføres også en injeksjon av en etterfylling av metanol i en mengde på 43 g/time til den første reaksjonsplate regnet ovenfra. Kolonnen settes i drift ved et trykk på 8 bar og med et tilbakeløpsforhold på 1 : 1, og reguleres på en slik måte at destillatet som tas ut består av inerte hydrokarboner i den kjemiske reaksjon, sammen med spor av reagenser som ikke har reagert. Inne i kolonnen er det en temperaturprofil fra 61°C ved toppen til 140°C ved bunnen. Ved kolonnehodet og med en strømningsmengde på 789 g/time trekkes det av et destillat som har den sammensetning som er angitt i tabellen, og ved bunnen og med en strømningsmengde på 1050 g/time det fremstilte MTBE med den vektmessige sammensetning som også er angitt i tabell 1.

P a t e n t k r a v :

1. Fremgangsmåte for reaktiv destillasjon, k a r a k t e r i s e r t v e d at den omfatter kombinasjonen av trekkene

- reaksjon i nærvær av en katalysator, av minst to reagenser som hver er ren eller fortynnet i minst ett fortynningsmiddel, for å fremstille et produkt eventuelt i blanding med minst et fortynningsmiddel og et overskudd av minst en reagens, og medstrøms-separasjon ved destillasjon av reaksjonsproduktet fra reaksjonsblandingen,
- innføring av reagensene hver for seg eller i blandet form ved minst ett nivå i en reaktiv destillasjonskolonne,
- anbringelse av minst én reaksjonscelle som inneholder katalysatoren i form av et sjikt, og
- anbringelse av minst én tilgrensende destillasjonscelle som inneholder minst én destillasjonsplate,
- adskilling av hver reaksjonscelle fra den tilgrensende destillasjonscelle ved hjelp av en sidevegg eller bunn i reaksjonscellen, eller begge deler, slik at det således forhindres en direkte overføring av substans mellom det indre av reaksjonscellene og de tilgrensende destillasjonsceller, idet
- destillasjonsbetingelsene i kolonnen holdes slik at det er en flytende fase og en dampfase i kolonnen,
- minst en del av den flytende fase sirkuleres oppover gjennom katalysatoren i hver reaksjonsjonscelle,
- minst en del av dampfasen i destillasjonen sirkuleres oppover gjennom hver destillasjonscelle, på en slik måte at dampfasen kommer i kontakt med den flytende fase bare i destillasjonscellene og ikke i reaksjonscellene,
- minst én del av reaksjonsproduktet utvinnes ved én ende av den reaktive destillasjonskolonne, og

- minst en del av fortynningsmidlet eller fortynningsmidlene og overskudd av reagens eller reagenser utvinnes ved den andre ende av kolonnen.

2. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at
- hele den flytende fase sirkuleres oppover gjennom katalysatoren i hver reaksjonscelle,
- hele dampfasen i destillasjonen sirkuleres oppover gjennom hver destillasjonscelle,
- i hovedsak alt produkt utvinnes ved én ende av den reaktive destillasjonskolonne, og
- i hovedsak alt fortynningsmiddel eller overskudd av reagenser utvinnes ved den andre ende av kolonnen.

3. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at reaksjonen er en foretringsreaksjon som gjennomføres mellom et isoolefin og en alifatisk monoalkohol for å danne en tertiær alkyleter.

4. Fremgangsmåte ifølge krav 3, k a r a k t e r i s e r t v e d at isoolefinet er isobuten eller isopenten, og at den alifatiske monoalkohol er metanol eller etanol, og at den tertiære alkyleter er metyl-tert.-butyleter, etyl-tert.-butyleter, metyl-tert.-amyleter eller etyl-tert.-amyleter.

5. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at reaksjonen er alkylering av benzen med etylen eller propylen.

6. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at katalysatoren anordnes løst i hver reaksjonscelle.

7. Fremgangsmåte ifølge krav 6, k a r a k t e r i s e r t v e d at det i hver reaksjonscelle holdes et vakuumnivå på en 1/3 til 2/3.

8. Fremgangsmåte ifølge krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at katalysatoren i hver reaksjonscelle innelukkes i minst én væskegjennomtrengelig omslutningsanordning som er ugjennomtrengelig for katalysatorpartikler.

9. Fremgangsmåte ifølge krav 8, k a r a k t e r i s e r t v e d at katalysatoren ekspanderes i hver reaksjonscelle.

FIG.1

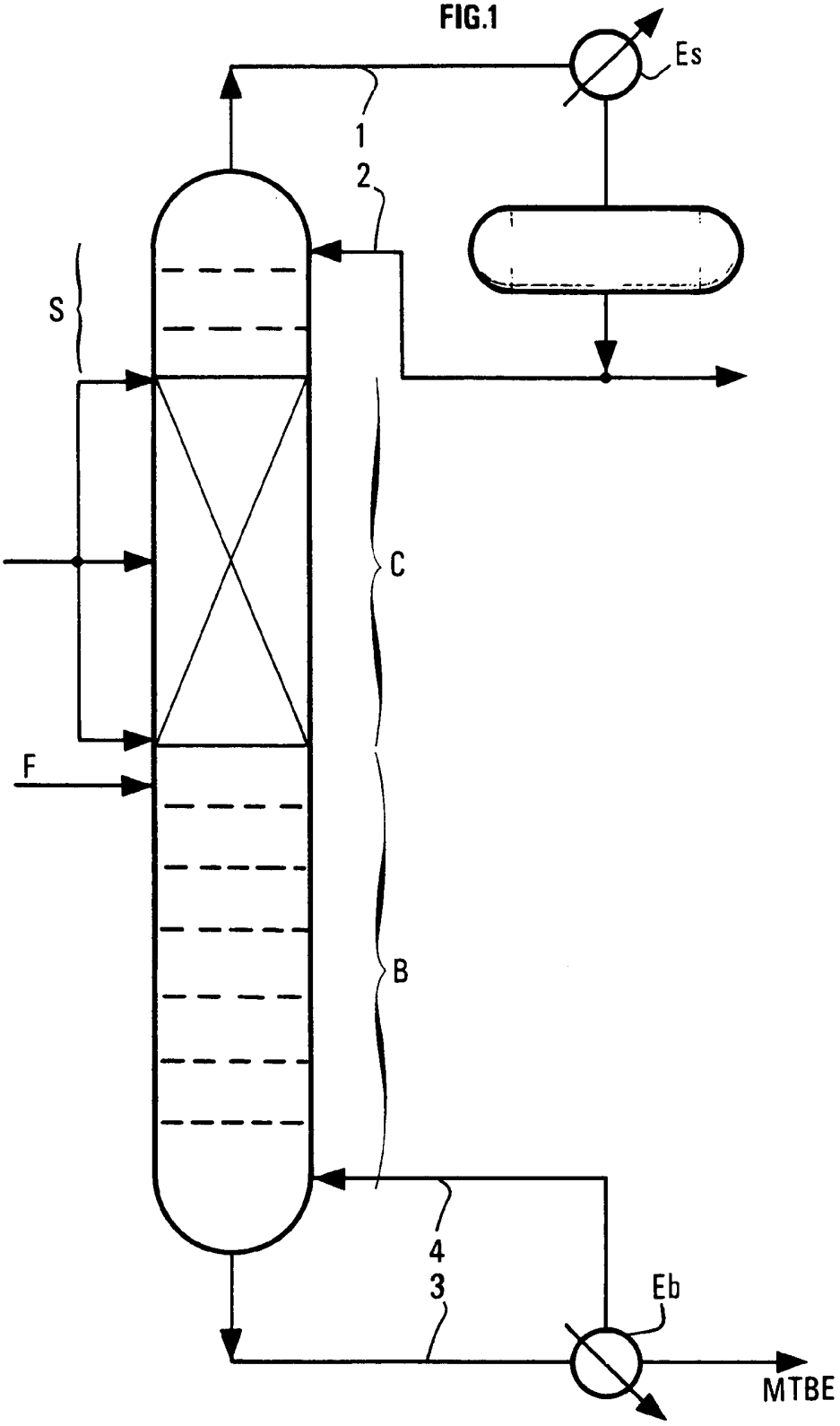


FIG.2

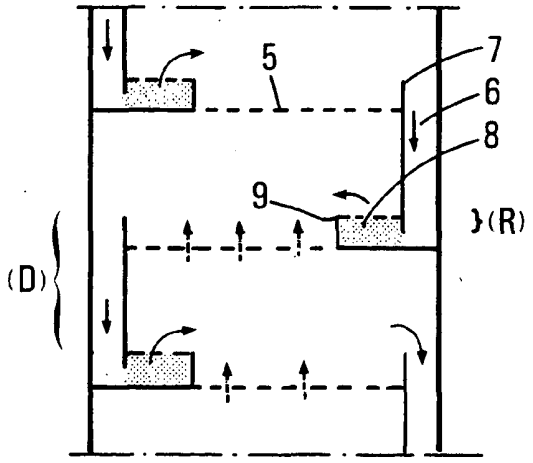


FIG.3

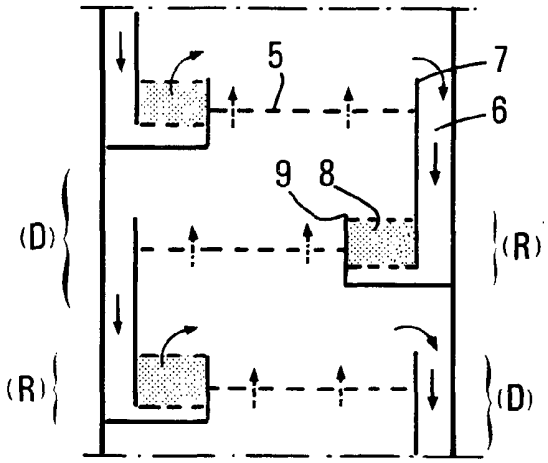


FIG.4

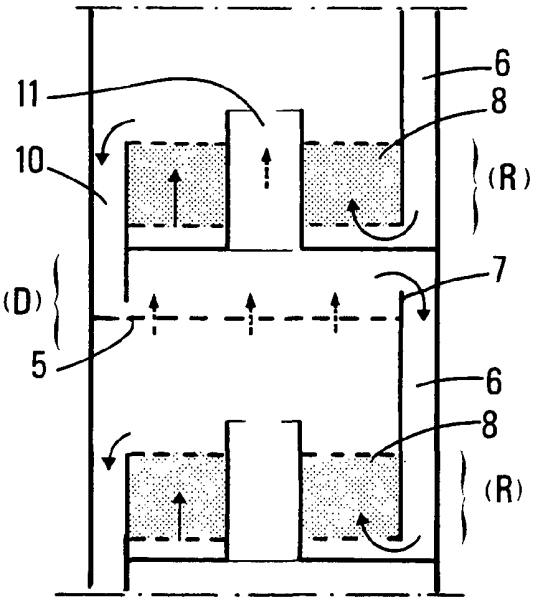


FIG.3A

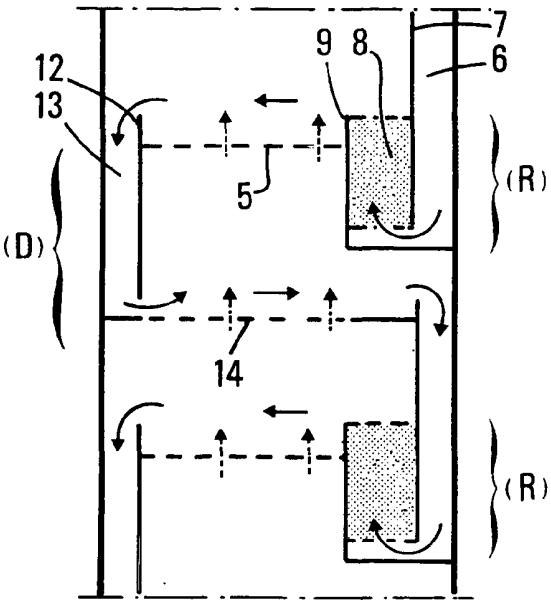


FIG.5

