

URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

55364

Patent dodatkowy
do patentu

Kl. 12 o, 14

Zgłoszono: 29.III.1962 (P 98 595)

Pierwszeństwo:

BIBLIOTEKA

MKP C 07 c 67/06

Urząd Patentowy
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Opublikowano: 25.IV.1968

UKD

Twórca wynalazku
i mgr inż. Bogdan Wolff, Kędzierzyn (Polska)
właściciel patentu

Sposób oddestylowania lotnych substancji z surowych produktów
estryfikacji

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób oddestylowania lotnych substancji z surowych produktów estryfikacji kwasów lub bezwodników kwasowych powyżej C_3 alkoholami powyżej C_3 , otrzymanych drogą estryfikacji z obiegowym odwadnianiem przy użyciu kwasowego katalizatora i będących mieszaniną trudno lotnego estru i łatwiej lotnych substancji takich jak butanol, toluen. Jako produkt końcowy otrzymuje się ester poddawany następnie końcowemu odkwaszeniu i rafinacji.

Znany sposób oddestylowania lotnych substancji z surowych produktów estryfikacji polega na odkwaszaniu surowego produktu estryfikacji działaniem substancji alkalicznej z następnym oddestylowaniem pod próżnią głównej masy lotnych substancji w kotłowym urządzeniu destylacyjnym w temperaturach do 160°C i kolejnym oddestylowaniu pozostałych reszkowych lotnych substancji także w temperaturach do 160°C w strumieniu obojętnego wobec estru gazu przepuszczanego przez produkt pozostały po oddestylowaniu głównej masy lotnych substancji.

Sposób ten ma liczne wady. Niemożliwość ilościowego wykroplenia pod próżnią lotnych substancji z ich mieszaniny z użytym gazem obojętnym wobec estru powoduje dużą ich stratę. Oddestylowanie lotnych substancji w urządzeniu kotłowym trwa kilka godzin, co wpływa ujemnie na barwę estru i powoduje pewne jego powrotne rozszcze-

2

pie. Znany sposób wymaga przy tym zużycia znacznej masy gazu obojętnego wobec estru.

Rozwiązanie według wynalazku jest wolne od tych wad, ponieważ umożliwia oddestylowanie lotnych substancji w wysokiej temperaturze w znacznie krótszym czasie bez powrotnego rozszczepiania estru. Ponadto wynalazek umożliwia obsługę jednym urządzeniem destylacyjnym kilku urządzeń estryfikacyjnych oraz oddestylowanie lotnych substancji bez uprzedniego odkwaszenia surowego produktu estryfikacji, a tym samym otrzymywanie estrów w sposób ciągły.

Według wynalazku surowy produkt estryfikacji wprowadza się do urządzenia destylacyjnego składającego się z zestawu przelotowych wyparek typu Kestner szeregowo ze sobą połączonych. W pierwszej przelotowej wyparce oddestylowuje główna masa lotnych substancji w temperaturze od 160°C do 250°C , najkorzystniej w temperaturze około 200°C , w czasie nie dłuższym niż 60 minut, najkorzystniej w czasie krótszym od 15 minut, pod ciśnieniem, najkorzystniej pod ciśnieniem atmosferycznym. Pozostałe lotne substancje oddestylowuje się w dalszych przelotowych wyparkach w tym samym zakresie temperatur, korzystnie w temperaturze około 200°C , ale pod ciśnieniem każdorazowo niższym od ciśnienia panującego w poprzedniej wyparce. Produkt odbierany z ostatniej przelotowej wyparki ochładza się niezwłocznie w sposób ciągły do temperatury poniżej 160°C .

3

Przykład. Do przelotowej wyparki typu Kestner pracującej w temperaturze 200°C pod ciśnieniem atmosferycznym wprowadza się w sposób ciągły nieodkwaszony surowy produkt estryfikacji bezwodnika ftalowego butanolem o temperaturze 150°C uzyskany drogą estryfikacji z obiegowym odwadnianiem przy użyciu kwasowego katalizatora i zawierający 12% butanolu. Produkt uchodzący z tej wyparki wprowadza się w sposób ciągły do przelotowej wyparki typu Kestner pracującej w temperaturze 200°C pod ciśnieniem 40 tor. Produkt uchodzący z drugiej wyparki wprowadza się w sposób ciągły do przelotowej wyparki typu Kestner pracującej w temperaturze 200°C pod ciśnieniem 3 tor, korzystnie ze skraplaniem uchodzących z tej wyparki par butanolu za pomocą freonu. Z wyparki tej uchodzi ester o zawartości zaledwie około 0,01% butanolu. Ester ten ochładza się niezwłocznie w sposób ciągły do temperatury około 100°C. Czas prze-

4

bywania produktu estryfikacji w zestawie wyparek wraz z chłodnicą wynosi 5—10 minut.

Zastrzeżenie patentowe

5

10

15

Sposób oddestylowania lotnych substancji z surowych produktów estryfikacji kwasów lub bezwodników kwasowych powyżej C₃ alkoholami powyżej C₃ otrzymanych drogą estryfikacji z obiegowym odwadnianiem przy użyciu kwasowego katalizatora **znamienny tym**, że surowy produkt estryfikacji bezpośrednio wprowadza się do połączonych szeregowo przelotowych wyparek i oddestylowuje lotne substancje w temperaturze 160°—250°C, korzystnie około 200°C przy czym w każdej kolejnej wyparce destylację prowadzi się w tym samym zakresie temperatur pod ciśnieniem niższym od ciśnienia stosowanego w poprzedniej wyparce.