



(12) **BREVET DE INVENȚIE**

Hotărârea de acordare a brevetului de invenție poate fi revocată
în termen de 6 luni de la data publicării

(21) Nr. cerere: 99-00402

(22) Data de depozit: 13.04.1999

(30) Prioritate:

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
29.12.2000 BOPI nr. 12/2000

(45) Data eliberării și publicării brevetului:
BOPI nr.

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(56) Documente din stadiul tehnicii:
Velea I., Ivănuș Gh., *Monomeri de sinteză*,
vol. 2, Editura tehnică, București, 1990,
pag. 25...42; Macriș V., *Ingineria
derivaților etilenei și propilenei - Derivații
propilenei*, vol. 2, Editura tehnică,
București, 1997, pag. 249...279

(71) Solicitant: S.C. OLTCHIM S.A., RÂMNICU-VÂLCEA, RO;

(73) Titular: S.C. OLTCHIM S.A., RÂMNICU-VÂLCEA, RO;

(72) Inventatori: STRATULĂ COSTICĂ, BUCUREȘTI, RO; OPREA FLORIN, PLOIEȘTI, RO; ROIBU
CONSTANTIN, RM.VÂLCEA, RO; PREOTEASA VERONICA, RÂMNICU VÂLCEA, RO;
BEJENARIU IONEL, RÂMNICU VÂLCEA, RO; BALINT GHEORGHE, RÎMNICU VÎLCEA,
RO; MOLDOVAN NICOLAE, RÎMNICU VÎLCEA, RO;

(74) Mandatar:

(54) **PROCEDEU DE ELIMINARE A SUBSTANȚELOR VOLATILE DIN
PROPENOXID**

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de eliminare a volatilelor din propenoxidul rezultat din fracțiile de clorhidrare și saponificare. Procedeu conform invenției constă în eliminarea volatilelor, sub formă de vapori, fie la partea superioară a coloanei de saponificare, fie pe la partea superioară a coloanei de distilare finală. În primul caz,

propenoxidul brut, lipsit de volatile, se elimină ca fracție laterală, lichidă, de pe un taler oarecare, din partea superioară a coloanei de saponificare, iar în al doilea caz, propenoxidul finit, lipsit de volatile, se elimină ca fracție laterală, lichidă, de pe un taler oarecare, din zona superioară a coloanei de distilare, finală.

Revendicări: 1
Figuri: 2

RO 116277 B1



Prezenta invenție se referă la un procedeu de eliminare a substanțelor volatile din propenoxidul rezultat din reacțiile de clorhidrare și saponificare aplicabil în cazul sintezei propenoxidului prin intermediul propilenclorhidrinei rezultată din reacția de clorhidrinare a propenei cu soluție aposă de clor.

5 În urma reacției de clorhidrinare dintre propenă și acidul hipocloros, rezultat la rândul lui din reacția dintre clor și apă, rezultă propilenclorhidrina care, apoi, prin saponificare cu lapte de var conduce la formarea de propenoxid solubilizat în soluția de var. În continuare, produsul saponificat se concentrează în propenoxid într-o coloană de distilare obișnuită cunoscută și sub numele de coloană de saponificare, care separă pe la vârf concentratul de propenoxid de concentrație 40...60% (restul fiind compuși secundari și apă) cunoscut ca propenoxid brut, iar pe la bază excesul de soluție de var. În continuare, concentratul de propenoxid se supune distilării într-o nouă coloană unde pe la vârf se obține propenoxidul practic pur, iar pe la bază apa cu produsele secundare de reacție.

15 Deși solubilitatea propenei în apă este foarte mică, datorită faptului că în reacția de clorhidrinare se folosesc debite mari de apă, o parte din propena care vine în contact cu soluția apoasă de clor se solubilizează în aceasta și ca urmare a faptului că ea este foarte volatilă în comparație cu ceilalți componenți din sistem, propena se va concentra mai întâi în produsul de vârf al coloanei de concentrare a produsului saponificat și apoi, în propenoxidul finit, obținut pe la vârful coloanei finale de distilare. Din acest motiv, propenoxidul astfel obținut, deși este foarte pur, mai conține propena în proporție de 2000...2500 ppm în greutate, iar uneori și puțin CO₂ provenit din laptele de var folosit în procesul de saponificare. Aceste două substanțe (propena și CO₂) reprezintă așa-numitul conținut de volatile al propenoxidului, care diminuează puritatea acestuia și influențează negativ asupra proceselor ulterioare de utilizare a lui. De aceea, pentru eliminarea acestor volatile din propenoxidul finit se mai folosește o coloană de stripare care elimină pe la vârf volatilele respective.

Dezavantajele acestui procedeu cunoscut constau în următoarele:

30 - necesită o investiție nouă cu coloana de stripare și cu utilajele anexe (refierbător, pompe, etc);

- pentru eliminarea avansată a volatilelor respective din propenoxid (sub 100 ppm) se stripează o parte importantă din acesta care, pentru a nu se pierde trebuie recirculat în sistem, ceea ce conduce la creșterea consumului de energie;

- coloana de stripare necesită și ea un consum în plus de energie.

35 Problema pe care o rezolvă invenția constă în găsirea, pe bază de simulări și încercări experimentale, fie a poziției talerului de fracționare din coloana de saponificare de unde se prelevează ca fracție laterală lichidă propenoxidul brut, fie a poziției talerului de fracționare din coloana de distilare de unde se prelevează ca fracție laterală lichidă propenoxidul finit.

40 Procedeu de eliminare a substanțelor volatile din propenoxidul rezultat din reacțiile de clorhidrare și saponificare constă în aceea că, în coloana de saponificare, propenoxidul brut de concentrație 40...70% se scoate ca fracție laterală lichidă de pe un taler din zona superioară a coloanei, în timp ce vaporii de la vârful coloanei sunt condensați parțial la o presiune de 1,1...1,2 ata și o temperatură de 25°C, fie în coloana de distilare finală, propenoxidul finit, de puritate 99,9% se prelevează ca fracțiune laterală de pe un taler din zona superioară a coloanei de distilare finală,

RO 116277 B1

vaporii de la vârful acesteia fiind condensati parțial la o presiune de 1,1...1,2 ata și o temperatură de 25°C, condensul fiind recirculat total ca reflux la vârful coloanei, iar fluxul de vaporii, bogat în volatile, fiind trimis ca purjă continuă la un sistem de recuperare a propenoxidului prin spălare cu apă.

50

Invenția prezintă următoarele avantaje:

- investiție mai mică;
- recirculare mai mică de propenoxid în sistem;
- consum energetic mai mic.

Se dă, în continuare, un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu fig. 1 și 2, care reprezintă schemele tehnologice ale procedurii de eliminare a volatilelor din fluxul de propenoxid brut, respectiv, propenoxidul purificat (finit).

55

Conform schemei tehnologice din fig. 1 soluția apoasă de propenoxid rezultată din tratarea soluției de propilenclorhidrină cu lapte de var alimentează cu pompa **P-1** coloana de **CL-1** de saponificare, care este de fapt o coloană de distilare care operează la o presiune de 1,1...1,2 ata și un gradient de temperatura, de 25...105°C și are rolul de a separa propenoxidul brut de excesul de soluție de var.

60

Undeva, în zona superioară a coloanei, de pe un anumit teler, se prelevează, cu pompa **P-3** așa numitul concentrat organic, cunoscut sub numele de propenoxid brut, lipsit practic de volatile, și care conține 40...70% propenoxid, restul fiind format din apă și anumiți compuși organici rezultați din reacțiile secundare. Acest produs, preluat lateral în faza lichidă, alimentează în continuare coloana de distilare finală **CL-2** în vederea purificării propenoxidului brut.

65

Vaporii rezultați la vârful coloanei **CL-1** sunt condensati parțial în condensatorul **R-1** și apoi trecuți în vasul separator **V-1** de unde, cu pompa **P-2**, lichidul rezultat prin condensare se trimite ca reflux la vârful coloanei, în timp ce vaporii rămași necondensați, dar bogati în volatile, se elimină ca purjă continuă spre un sistem de recuperare a propenoxidului prin spălare cu apă. În ceea ce privește produsul de bază al coloanei **CL-1**, acesta este constituit din excesul de soluție apoasă de var și se elimină ca produs de bază al coloanei (reziduu).

70

75

Propenoxidul brut, lipsit de volatile, care este preluat lateral din coloana **CL-1** cu ajutorul pompei **P-3**, este trimis la coloana de distilare finală **CL-2** în vederea purificării. Pe la vârful acestei coloane rezultă vaporii de propenoxid pur de compoziție 99,9% care se condensează total în condensatorul **R-2**, după care alimentează vasul de reflux **V-2** de unde o parte se dă ca reflux la vârful coloanei, cu ajutorul pompei **P-4**, iar o parte se trimite, cu aceeași pompă, ca produs finit la rezervor. În ceea ce privește produsul de bază al coloanei **CL-2**, acesta este un reziduu compus din apă și unele produse organice rezultate din reacțiile secundare. În aceasta schema tehnologică, eliminarea volatilelor din propenoxidul brut se face în coloana de saponificare **CL-1**.

80

85

Eliminarea volatilelor din propenoxid se poate face și în coloana de distilare finală **CL-2**, conform schemei tehnologice din fig. 2. În acest caz, coloana de saponificare **CL-1** este alimentată cu soluția apoasă de propenoxid cu ajutorul pompei **P-1** și se separă pe la bază excesul de soluție apoasă de var, iar pe la vârf, vaporii de propenoxid brut de compoziție 40...70% propenoxid care sunt condensati total în condensatorul **R-1**, condensul obținut trimis în vasul de reflux **V-1** de unde o parte din

90

RO 116277 B1

condens se recirculă ca reflux la vârful coloanei **CL-1** cu ajutorul pompei **P-2**, iar cealaltă parte, cu aceeași pompă, alimentează coloana de distilare finală **CL-2**. Această ultimă coloană separă pe la bază un reziduu compus din apă și compuși organici rezultați din reacțiile secundare. În ceea ce privește propenoxidul finit de puritate 99,9% acesta se prelevează cu pompa **P-4** ca fracțiune lichidă laterală de pe un anumit taler din partea superioară a coloanei, în timp ce vaporii de la vârful coloanei sunt condensați parțial în condensatorul **R-2** și trimiși apoi în vasul separator **V-2** de unde lichidul este recirculat total ca reflux la vârful coloanei **CL-2** cu ajutorul pompei **P-3**, iar vaporii rămași necondensați și bogați în volatile alimentează un sistem de recuperare a propenoxidului prin spălare cu apă. În felul acesta, volatilele din propenoxid se elimină în coloana **CL-2**.

Revendicare

Procedeu de eliminare a substanțelor volatile din propenoxidul rezultat din reacțiile de clorhidrinare și saponificare, **caracterizat prin aceea că**, fie în coloana de saponificare, propenoxidul brut de concentrație 40...70%, se scoate ca fracțiune laterală lichidă de pe un taler din zona superioară a coloanei, în timp ce vaporii de la vârful coloanei sunt condensați parțial la o presiune de 1,1...1,2 ata și o temperatură de 25°C, fie în coloana de distilare finală, propenoxidul finit, de concentrație 99,9%, se prelevează ca fracțiune laterală lichidă de pe un taler din zona superioară a coloanei de distilare finală, vaporii de la vârful acesteia fiind condensați parțial la o presiune de 1,1...1,2 ata și o temperatură de 25°C, condensul fiind recirculat total ca reflux la vârful coloanei, iar fluxul de vaporii, bogat în substanțe volatile, fiind trimis ca purjă continuă, la un sistem de recuperare a propenoxidului prin spălare cu apă.

Președintele comisiei de examinare: **chim. Gruia Amelia**

Examinator: **ing. Marin Elena**

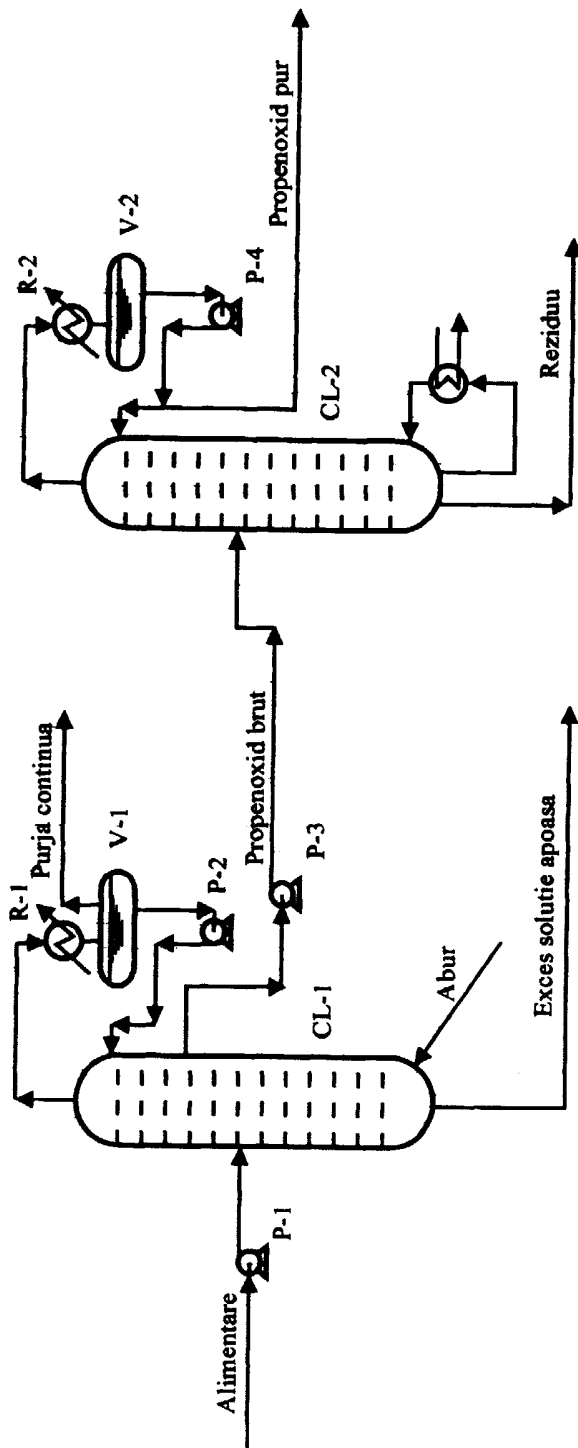


Fig 1

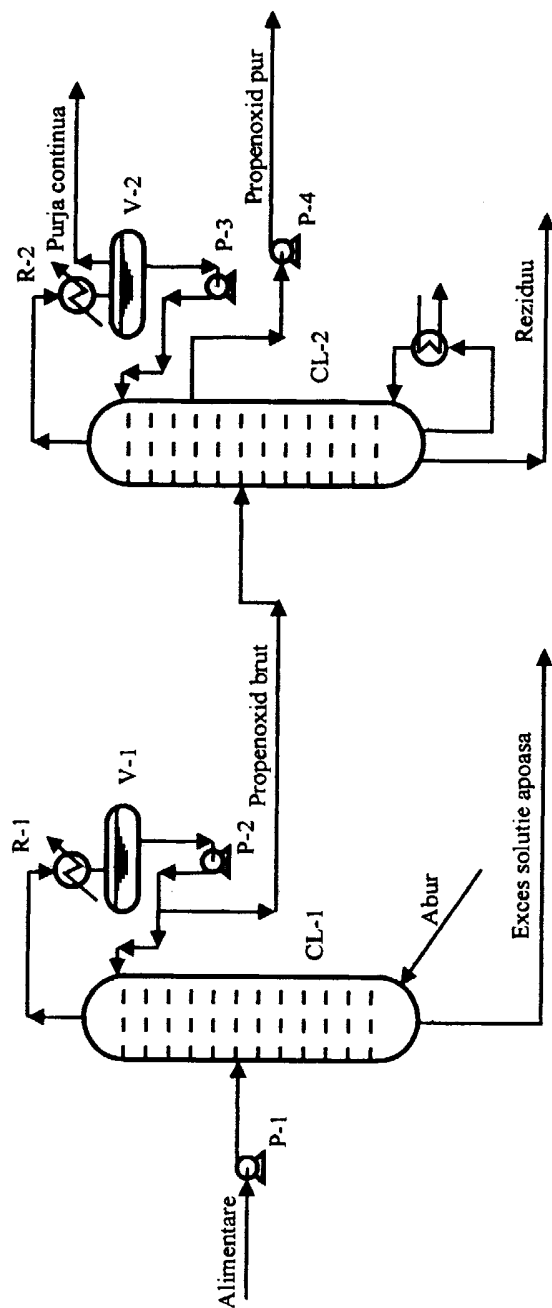


Fig 2

