República Federativa do Brasil
Ministério da Economia
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 0815874-6 B1

(22) Data do Depósito: 25/06/2008

(45) Data de Concessão: 11/02/2020

(54) Título: MÉTODO DE REMOÇÃO DE HIDROCARBONETOS PESADOS A PARTIR DE PRODUTOS DE REAÇÃO NA PRODUÇÃO DE ACETATO DE SEC-BUTILA

(51) Int.Cl.: C07C 67/48; C07C 67/04; C07C 69/14; C07C 53/08; B01D 11/04.

(30) Prioridade Unionista: 14/09/2007 CN 200710035741.3; 30/11/2007 CN 200710192466.6.

(73) Titular(es): HUNAN ZHONGCHUANG CHEMICAL CO., LTD.

(72) Inventor(es): PINGXIANG XI; XIANNIAN HU; HUA LI.

(86) Pedido PCT: PCT CN2008071434 de 25/06/2008

(87) Publicação PCT: WO 2009/033381 de 19/03/2009

(85) Data do Início da Fase Nacional: 12/03/2010

(57) Resumo: A presente invenção refere-se a um método de remoção de hidrocarbonetos pesados a partir de produtos de reação na produção de acetato de sec-butila, caracterizado pelo fato de que o método compreende: a extração de materiais de urna área de enriquecimento de hidrocarbonetos pesados, a colocação em contato dos materiais com água suficiente para fazer com que o hidrocarboneto pesado nos materiais e a água estratifiquem-se naturalmente, onde o hidrocarboneto pesado está contido na camada superior e a água está contida na camada inferior, e descarregar a camada superior, e reciclar a camada inferior no sistema. A área de enriquecimento de hidrocarbonetos pesados refere-se à área enriquecida com hidrocarbonetos pesados e formada na parte inferior de urna torre de destilação azeotrópica durante o processo de separação azeotrópica, enquanto o processo de separação azeotrópica se refere ao processo de alimentação da mistura de acetato de sec-butila, ácido acético e hidrocarbonetos pesados na torre de destilação azeotrópica, acrescentando um agente azeotrópico na torre de destilação azeotrópica para realizar a destilação azeotrópica, e a seguir evaporando a mistura azeotrópica formada pelo acetato de sec-butila e o agente azeotrópico a partir da parte superior da torre de destilação (...).

MÉTODO DE REMOÇÃO DE HIDROCARBONETOS PESADOS A PARTIR DE PRODUTOS DE REAÇÃO NA PRODUÇÃO DE ACETATO DE SEC-BUTILA

Campo da invenção

A presente invenção refere-se a um processo de separação de produtos em reações químicas orgânicas, e, mais particularmente, a invenção refere-se a um processo de separação dos produtos a partir da reação de produção de acetato de sec-butila com ácido acético e buteno, ou C4 misturado.

Histórico da invenção

Acetato de sec-butila é também denominado acetato de butila secundário, que é um dos quatro isômeros de acetato de butila. O acetato de sec-butila é um líquido inflamável, sem coloração, com odor de fruta e, na maioria dos casos, a propriedade do acetato de sec-butila é semelhante a outros isômeros. Várias resinas e compostos orgânicos podem ser dissolvidos em acetato de sec-butila. O ponto de ebulição do acetato de sec-butila é inferior aos de éster de n-butila e éster de isobutila que são normalmente usados, e a evaporação do acetato de sec-butila é mais rápida. Portanto, é usado principalmente como solvente, meio de reação, composição de agente extrator, agente de limpeza de metal e perfume de frutas, sendo também usado na indústria médica e farmacêutica.

Comparado aos processos tradicionais de produção de acetato de sec-butila, o processo de utilização de 1-buteno e 2-buteno como matérias primas para reagir com o ácido acético apresenta vantagens de amplas fontes de matérias primas, bons benefícios econômicos e não agride o ambiente. Assim, muitos pesquisadores concentram atenção no processo de síntese acima, porém, é menos relatada a pesquisa sobre o processo de separação e purificação da reação acima.

Um método para a produção de acetato de sec-butila é divulgado na Patente dos EUA nº 5.457.228, que utiliza ácido acético para reagir com 1-buteno e 2-buteno, e possui um índice

de conversão de olefina e seletividade de produtos relativamente elevado. No que diz respeito ao processo de separação, é possível separar o acetato de sec-butila da mistura de reação com destilação, porém, não é revelado nenhum processo de separação concreto. Assim, tampouco é revelada a pureza dos produtos após a separação.

Os inventores do presente pedido revelaram um método de separação de acetato de sec-butila das misturas de reação da reação entre ácido acético e buteno ou C4 misturado no Pedido de Patente Chinês nº CN 200710200148X, que compreende as etapas de (1) alimentação da mistura de reação produzida na reação de ácido acético e C4 misturado em uma torre de flash, e a remoção do C4 misturado restante e componentes leves a partir da parte superior da torre flash por evaporação flash; (2) alimentação dos produtos da reação da parte inferior da torre flash em uma torre de destilação azeotrópica, a adição de um agente azeotrópico A, e separação do acetato de sec-butila do ácido acético por destilação azeotrópica; (3) alimentação dos materiais a partir da parte superior da torre de destilação azeotrópica em uma torre de purificação, e obtenção de acetato de sec-butila por destilação; (4) quando a quantidade do agente azeotrópico A contida no ácido acético obtido a partir da parte inferior da torre de destilação azeotrópica tem efeitos sobre a realização da reação, a atividade catalítica, ou a vida útil do catalisador, alimentação dos materiais da parte inferior da torre de destilação azeotrópica em uma torre de concentração de ácido, adição do agente azeotrópico B, a seguir concentração do ácido acético por outra destilação azeotrópica e reciclagem do ácido acético concentrado, ou quando a quantidade do agente azeotrópico A contida no ácido acético obtido a partir da parte inferior da torre de destilação azeotrópica não tem efeitos sobre a realização da reação, atividade catalítica e vida útil do catalisador, reciclagem dos materiais da parte inferior da torre

de destilação azeotrópica diretamente ao sistema de reação.

[0006] O processo de produção acima de acetato de sec-butila com matérias primas de ácido acético e buteno ou C4 misturado não menciona que haverá a polimerização nas matérias primas do buteno ou C4 misturado para formar hidrocarbonetos pesados. Além disso, não se refere aos métodos de separação e remoção de ácido acético, acetato de sec-butila e de hidrocarbonetos pesados a partir de misturas de reação.

Resumo da invenção

A fim de resolver os problemas acima no estado da técnica, a presente invenção fornece um método de remoção de hidrocarbonetos pesados a partir de produtos de reação na produção de acetato de sec-butila, que tem as vantagens de baixo consumo de energia, baixo consumo de materiais, alto desempenho de remoção de hidrocarbonetos pesados, e alta eficiência de separação, e pode melhorar as condições operacionais e a qualidade dos produtos.

A fim de resolver os problemas da técnica acima, um objeto da presente invenção é fornecer um método de remoção de hidrocarbonetos pesados a partir de produtos de reação na produção de acetato de sec-butila, caracterizado por compreender: a extração de materiais de uma área de enriquecimento de hidrocarbonetos pesados, fazendo com que os materiais entrem em contato com água suficiente para fazer com que o hidrocarboneto pesado presente nos materiais e a água estratifiquem-se naturalmente, onde o hidrocarboneto pesado está contido na camada superior e a água está contida na camada inferior, e descarreguem a camada superior, reciclando a camada inferior no sistema.

Os hidrocarbonetos pesados na presente invenção se referem a produtos polimerizados de C4 em matérias primas. O método previsto na presente invenção pode remover hidrocarbonetos pesados tendo 8 ou mais átomos de carbono e,

mais particularmente, o método pode facilmente remover hidrocarbonetos pesados tendo 10 ou mais átomos de carbono. A área de enriquecimento de hidrocarbonetos pesados na presente invenção refere-se à área que tem maior concentração relativa de hidrocarbonetos pesados em materiais misturados. Na área de enriquecimento, o teor de hidrocarbonetos pesados é superior a 1% em massa e, mais particularmente, refere-se à área onde o teor de hidrocarbonetos pesados é superior a 5% em massa. Após a separação do C4 misturado não reagido restante e o componente leve e a utilização do agente azeotrópico para separar o acetato de sec-butila e ácido acético, a área formada na parte inferior da torre de destilação azeotrópica é a área de enriquecimento de hidrocarbonetos pesados mencionada na presente invenção. Concretamente falando, o processo de separação azeotrópica de acetato de sec-butila e ácido acético diz respeito ao processo de alimentação da mistura de acetato de sec-butila, ácido acético e de hidrocarbonetos pesados na torre de destilação azeotrópica, acrescentando um agente azeotrópico para realizar a destilação azeotrópica e a seguir evaporando a mistura azeotrópica formada pelo acetato de sec-butila e o agente azeotrópico a partir da parte superior da torre de destilação azeotrópica e, nesse meio tempo, o ácido acético e os hidrocarbonetos pesados se assentam na parte inferior da torre. O agente azeotrópico se refere a qualquer substância que pode formar uma mistura azeotrópica com acetato de sec-butila, e a diferença entre o ponto azeotrópico da mistura azeotrópica e o ponto de ebulição do ácido acético é 10°C ou mais.

Na solução técnica acima, os materiais extraídos da área de enriquecimento do hidrocarboneto pesado podem referir-se aos materiais restantes após a remoção dos ácidos acéticos a partir da linha lateral, na parte inferior da torre de destilação azeotrópica. Os materiais retirados da área de enriquecimento do hidrocarboneto pesado contêm principalmente

hidrocarbonetos pesados, ácido acético e uma pequena quantidade de acetato de sec-butila e água. Se o hidrocarboneto pesado não for removido da parte inferior da torre de destilação azeotrópica no momento, acumular-se-á na parte inferior da torre. À medida que a quantidade de hidrocarbonetos pesados acumulados aumenta, formam-se crostas na caldeira na parte inferior da torre de destilação azeotrópica, que influenciam no efeito da transferência de calor, deterioram o efeito de separação, aumentam o consumo de energia, dificultam a operação e ameaçam o funcionamento normal do dispositivo inteiro. Portanto, é necessário lidar com os materiais na parte inferior da torre de destilação azeotrópica. Como o ácido acético é miscível com água, o acetato de sec-butila é ligeiramente solúvel em água, o hidrocarboneto pesado é pouco solúvel em água e as densidades de hidrocarbonetos pesados e acetato de sec-butila são menores do que a da água, assim quando os materiais extraídos da área de enriquecimento de hidrocarbonetos pesados entram em contato com água suficiente, os materiais e a água estratificam-se naturalmente, isto é, o hidrocarboneto pesado é contido na camada superior e a água é contida na camada inferior. A camada superior é descarregada e a camada inferior é reciclada ao sistema. Devido ao fato de o acetato de sec-butila ser descarregado do sistema com hidrocarbonetos pesados, aumentando o consumo de materiais, o teor de acetato de sec-butila nos materiais extraídos deve ser reduzido na maior quantidade possível. Enquanto isso, a mistura azeotrópica formada por acetato de sec-butila e água é destilada a partir da parte superior da torre de destilação azeotrópica no processo de destilação azeotrópica, assim, a quantidade de acetato de sec-butil na parte inferior da torre de destilação azeotrópica é relativamente menor.

Durante o contato dos materiais extraídos da área de enriquecimento do hidrocarboneto pesado com água, a faixa de fluxo em massa de água em relação aos materiais varia de 0 a

20, de preferência 0 a 10. Se a faixa de fluxo em massa de água em relação aos materiais for superior a 20, o consumo é muito maior. Quando a faixa de fluxo em massa de água em relação ao material é 0, os materiais são alimentados através da camada de água estável.

Um dispositivo de lavagem de hidrocarboneto pesado utilizado para colocar em contato os materiais com água suficiente pode ser qualquer dispositivo que possa ser usado para a transferência de materiais, tal como um recipiente de lavagem de água, torre de lavagem de água ou tanque de lavagem de água etc. No dispositivo de lavagem de hidrocarbonetos pesados, a água contém ácido acético após o contato com os materiais na parte inferior da torre e pode ser reciclada na torre de destilação azeotrópica em qualquer parte da torre de destilação azeotrópica, de preferência a porta de alimentação. Em uma condição especial em que a faixa do fluxo em massa de água em relação aos materiais é 0, os materiais na parte inferior da torre são alimentados através da camada de água estável, e é necessário detectar oportunamente o teor de ácido acético nos hidrocarbonetos pesados separados a partir da parte superior do dispositivo de lavagem de hidrocarbonetos pesados. Quando o conteúdo ácido no hidrocarboneto pesado é superior a 1%, ele mostra que a concentração ácida na água é muito alta, e o ácido acético nos materiais na parte inferior da torre não pode ser completamente dissolvido, que provoca que parte do ácido acético seja dissolvido no hidrocarboneto pesado e descarregado juntamente com o hidrocarboneto pesado. Nesse momento, a água no dispositivo de lavagem de hidrocarboneto pesado deve ser reciclada na torre de destilação azeotrópica e, em seguida, água adicional deve ser completada no dispositivo de lavagem de hidrocarbonetos pesados.

Nas soluções técnicas acima, a mistura de acetato de sec-butila, ácido acético e hidrocarbonetos pesados a serem

separados é produzida principalmente no processo de produção de acetato de sec-butila, utilizando o ácido acético e buteno ou C4 misturado. Se usar o processo de destilação catalisador na reação, obterá a mistura de reação de acetato de sec-butila, ácido acético não reagido restante e hidrocarboneto pesado; se usar o processo tubular de leito fixo, obterá a mistura de reação de acetato de sec-butila, ácido acético não reagido restante, buteno não reagido restante ou C4 misturado, componentes leves e hidrocarbonetos pesados. Devido ao fato de o ponto de ebulição de buteno ou C4 misturado e de componentes leves ser muito inferior aos de acetato de sec-butila, ácido acético e de hidrocarbonetos pesados, é possível remover o buteno restante ou o C4 misturado e os componentes leves na mistura por destilação de flash. Portanto, em qualquer um dos processos acima de produção de acetato de sec-butila, os produtos a serem separados na presente invenção incluem principalmente acetato de sec-butila, ácido acético e hidrocarbonetos pesados. Nas soluções técnicas acima, foi descrito o processo de separação de hidrocarbonetos pesados nos produtos misturados. Além disso, será descrita a seguir a separação azeotrópica de acetato de sec-butila e ácido acético antes da separação de hidrocarbonetos pesados.

Devido ao ponto de ebulição do acetato de sec-butila ser próximo ao do ácido acético, é apropriado separar acetato de sec-butila e ácido acético por destilação azeotrópica. Na presente invenção, um agente azeotrópico é selecionado para separar acetato de sec-butila do ácido acético completamente pelo fato de que pode formar uma mistura azeotrópica com acetato de sec-butila e que a diferença do ponto de ebulição entre a mistura azeotrópica e ácido acético é grande. Na presente invenção, o agente azeotrópico preferido é a água. O agente azeotrópico é acrescentado de acordo com a composição da mistura azeotrópica formada por acetato de sec-butila e agente

azeotrópico. Quando água é usada como um agente azeotrópico, a água é adicionada na torre de destilação azeotrópica de acordo com a proporção do acetato de sec-butila à água que é de 4:1 (percentual de peso).

No processo acima da destilação azeotrópica, a temperatura na parte inferior da torre de destilação azeotrópica é controlada na faixa de 100°C a 130°C, de preferência 105°C a 125°C. Se a temperatura for superior a 130°C, o ácido acético entrará na parte superior da torre, enquanto que se a temperatura for inferior a 100°C, a mistura azeotrópica formada por acetato de sec-butila e agente azeotrópico não será destilada para a parte superior da torre de forma eficiente. A temperatura na parte superior da torre de destilação azeotrópica é controlada na faixa de 75°C a 100°C, de preferência 78°C a 90°C. O acetato de sec-butila e o agente azeotrópico são destilados a partir da parte superior da torre de destilação azeotrópica, e após o resfriamento, o acetato de sec-butila e o agente azeotrópico são estratificados naturalmente. O agente azeotrópico ou ambos agente azeotrópico e acetato de sec-butila, como componentes de refluxo, refluem para a parte superior da torre de destilação azeotrópica e o acetato de sec-butila em uma pequena quantidade de agente azeotrópico pode ser ainda mais depurado. O ácido acético, o hidrocarboneto pesado e uma pequena quantidade de acetato de sec-butila se assentam na parte inferior da torre de destilação azeotrópica. Parte do ácido acético pode ser retirada a partir da linha lateral, na parte inferior da torre de destilação azeotrópica, e reciclada para o sistema de reação de produção de acetato de sec-butila, e os demais materiais são introduzidos no dispositivo de lavagem de água para realizar o processo de separação acima de hidrocarbonetos pesados.

Em comparação com o estado da técnica, no processo de produção de acetato de sec-butila com ácido acético e buteno ou C4 misturado, as vantagens dos métodos na presente invenção

são as seguintes: a separação efetiva dos produtos misturados pode ser realizada, na qual o acetato de sec-butila e acetato nos produtos misturados são separados de forma eficiente, e, nesse meio tempo, as impurezas, como os hidrocarbonetos pesados, também são separadas do sistema. Além disso, o processo de separação não só reduz o estado de crostas na caldeira na parte inferior da torre de destilação azeotrópica com eficácia, garantindo o funcionamento normal de todo o dispositivo por um longo tempo, como também melhora a qualidade dos produtos e as condições operacionais, reduzindo o consumo de energia e o consumo de materiais.

Breve descrição dos desenhos

A fig.1 ilustra o processo de separação de produtos dos exemplos na presente invenção,conforme as seguintes referências numéricas: torre de destilação azeotrópica (1); mistura (2); água (3); destilado retirado da linha lateral (4); material destilado da parte superior da torre (5); torre de lavagem de água (6); camada de água (7); material da parte inferior (8); hidrocarboneto pesado (9).

A fig.2 ilustra a torre de lavagem de água usada no exemplo 3.

Descrição detalhada da invenção

A seguir, a presente invenção será descrita em forma de exemplos, referindo-se aos desenhos anexos, mas a presente invenção não se limita aos exemplos.

Exemplo 1

No processo de produção de acetato de sec-butila, o C4 misturado restante e o componente leve foram retirados da mistura dos produtos da reação e, em seguida, a mistura dos produtos da reação foi misturada com água que foi usada como um agente azeotrópico para separar o ácido acético do acetato de sec-butila. A área de enriquecimento do hidrocarboneto pesado foi na parte inferior da torre de destilação azeotrópica.

Conforme mostrado na fig. 1, os materiais foram extraídos da parte inferior da torre de destilação azeotrópica e alimentados na parte inferior da torre de lavagem de água com o fluxo de massa de 100Kg/hr. A água foi despejada na parte superior da torre de lavagem de água com o fluxo de massa de 800kg/hr (a relação de fluxo de massa da água para as matérias foi 8). Depois que a água entrou em contato com os materiais inversamente, o hidrocarboneto pesado foi removido da camada superior da torre de lavagem de água (ou seja, na parte superior da torre de lavagem de água), e a água foi retirada da parte inferior da torre de lavagem de água e, em seguida, a água foi despejada no sistema novamente (isto é, a torre de destilação azeotrópica).

Os hidrocarbonetos pesados que foram obtidos a partir da reação e acumulados no sistema podem ser coletados no momento após as operações acima, assim, o teor dos hidrocarbonetos pesados na parte inferior da torre de destilação azeotrópica podem ser controlados na faixa de 1% a 5% em massa. Além disso, o fenômeno de formação de crostas foi diminuído na caldeira na parte inferior da torre de destilação azeotrópica. Depois que o dispositivo foi operado continuamente por um mês, nenhum fenômeno óbvio de formação de crostas existiu na parte inferior da torre de destilação azeotrópica.

Exemplo 2

O mesmo processo do Exemplo 1 foi realizado, exceto que o fluxo de massa dos materiais na parte inferior da torre de lavagem de água foi alterado para 100Kg/hr, e o fluxo de massa de água despejada na parte superior da torre de lavagem de água foi alterado para 150Kg/hr (a relação de fluxo de massa de água para materiais foi 1,5). O teor dos hidrocarbonetos pesados na parte inferior da torre de destilação azeotrópica pode ser controlado na faixa de 1% a 5% em massa após as operações acima, e depois que o dispositivo foi operado continuamente por seis meses, nenhum fenômeno óbvio de formação de crostas existiu na

caldeira na parte inferior da torre de destilação azeotrópica.

Exemplo Comparativo:

O processo foi realizado de maneira semelhante ao do exemplo 2, exceto que os materiais na parte inferior da torre de destilação azeotrópica não foram retirados e lavados com água. Consequentemente, o teor dos hidrocarbonetos pesados na parte inferior da torre de destilação azeotrópica aumentou gradualmente e o teor em massa dos hidrocarbonetos pesados nos materiais na parte inferior da torre de destilação azeotrópica chegou até cerca de 30% após um mês. Além disso, o fenômeno de formação de crostas foi muito óbvio e sério na caldeira na parte inferior da torre de destilação azeotrópica. A influência direta da formação de crostas na caldeira foi que: a transferência de calor da caldeira piorou, e a mistura azeotrópica formada por acetato de sec-butila e água não pôde ser destilada na parte superior da torre, o que levou ao pior efeito de separação.

Exemplo 3

No processo de produção de acetato de sec-butila, o C4 misturado restante e o componente leve foram retirados da mistura de reação, e, em seguida, a mistura de reação foi misturada com água que foi usada como um agente azeotrópico para separar o ácido acético do acetato de sec-butila, e a parte inferior da torre de destilação azeotrópica tornou-se a área de enriquecimento de hidrocarbonetos pesados. Conforme mostrado na fig. 2, os materiais na parte inferior da torre de destilação azeotrópica foram retirados e colocados na parte inferior da torre de lavagem de água com água e os fluxos de massa de materiais foi 100Kg/hr. A água na torre de lavagem de água era estável, isto é, a faixa de fluxo de massa da água em relação aos materiais era 0. Quando os materiais foram alimentados na torre, a água estava totalmente em contato com os materiais e, em seguida, o hidrocarboneto pesado foi removido da parte superior da torre de lavagem de água. Quando a quantidade de ácidos nos

hidrocarbonetos pesados foi superior a 0,5%, a água na torre de lavagem de água foi despejada no sistema e também água adicional foi fornecida na torre de lavagem de água ao mesmo tempo.

Os hidrocarbonetos pesados obtidos na reação e acumulados no sistema podem ser tomados no tempo após as operações acima, e o teor de hidrocarbonetos pesados na parte inferior da torre de destilação azeotrópica pode ser controlado na faixa de 1% a 5% em massa, e o fenômeno de formação de crostas na caldeira na parte inferior da torre de destilação azeotrópica foi reduzido. Depois que o dispositivo foi operado continuamente por 80 dias, nenhum fenômeno óbvio de formação de crostas existiu na caldeira na parte inferior da torre de destilação azeotrópica.

Exemplo 4

Na fig. 1, a mistura composta de acetato de sec-butila em 52,28%, ácido acético em 43,22% e de hidrocarbonetos e outros materiais em 4,5% (percentagem em massa) foi colocada na torre de destilação azeotrópica e, em seguida, a água como agente azeotrópico foi adicionado na torre de destilação azeotrópica, onde a proporção em massa de acetato de sec-butila à água é de 4:1. A temperatura na parte inferior da torre de destilação azeotrópica era de 120°C e a temperatura na parte superior da torre era de 85,5°C. Os materiais destilados obtidos a partir da parte superior da torre, após a destilação azeotrópica, consistiam em acetato de sec-butila em 94,613%, ácido acético em 0,007%, água em 0,98%, hidrocarbonetos e outros materiais em 4,4% (percentagem em massa). Os materiais destilados podem ser ainda refinados.

Os destilados retirados da linha lateral, na parte inferior da torre de destilação azeotrópica consistiam em acetato de sec-butila em 7,28%, ácido acético em 89,3%, água em 0,42%, hidrocarbonetos e outros materiais em 3% (percentagem em massa). Os destilados retirados da linha lateral foram

reciclados para o sistema de reação.

Os materiais na parte inferior da torre de destilação azeotrópica foram integrados na parte inferior da torre de lavagem de água, e o fluxo de massa dos materiais na parte inferior da torre foi 100Kg/hr, e em seguida a água foi despejada na parte superior da torre de lavagem de água, e o fluxo de massa da água foi 800Kg/hr (a relação de fluxo de massa da água para os materiais era 8). Depois que a água entrou em contato com os materiais inversamente, o hidrocarboneto pesado foi removido da parte superior da torre de lavagem de água, a água foi retirada da parte de baixo da torre e foi despejada na entrada de alimentação da torre de destilação azeotrópica novamente. Os hidrocarbonetos pesados obtidos na reação e acumulados no sistema podem ser retirados no momento após o processo de lavagem de água, e o teor de hidrocarbonetos pesados na parte inferior da torre de destilação azeotrópica foi controlado na faixa de 1% a 5% em massa. Depois que o dispositivo foi operado continuamente por um mês, nenhum fenômeno óbvio de formação de crostas existiu na caldeira na parte inferior da torre de destilação azeotrópica.

Exemplo Comparativo:

A mistura de reação e as condições de destilação azeotrópica foram as mesmas do exemplo 1, exceto que os materiais não foram extraídos da base da torre de destilação azeotrópica e lavados com água. Consequentemente, o teor dos hidrocarbonetos pesados na parte inferior da torre de destilação azeotrópica aumentou gradualmente, e depois de um mês, o teor dos hidrocarbonetos pesados na parte inferior da torre de destilação azeotrópica atingiu cerca de 30% em massa. Além disso, o fenômeno de formação de crostas foi muito óbvio e sério na caldeira na parte inferior da torre de destilação azeotrópica. A influência direta da formação de crostas na caldeira foi que: a transferência de calor da caldeira piorou e a mistura azeotrópica

formada por acetato de sec-butila e água não pôde ser destilada na parte superior da torre, o que levou ao pior efeito de separação e maior consumo de energia.

Exemplo 5

A mistura composta de acetato de sec-butila em 56,26%, ácido acético em 40,24%, hidrocarbonetos e outros materiais em 3,5% (percentagem em massa) foram alimentados na torre de destilação azeotrópica e, em seguida a água como agente azeotrópico foi adicionada na torre de destilação azeotrópica, a proporção em massa de acetato de sec-butila em relação à água é de 4:1. A temperatura na parte inferior da torre de destilação azeotrópica foi de 105°C, e a temperatura na parte superior da torre foi 78,1 °C. Os materiais destilados a partir da parte superior da torre consistiam em acetato de sec-butila em 95,99%, ácido acético em 0,01%, água em 0,9%, hidrocarbonetos e outros materiais em 3,1%, e os materiais destilados pode ser ainda refinados.

Os destilados retirados da linha lateral, na parte inferior da torre de destilação azeotrópica consistiam em acetato de sec-butila em 8,32%, ácido acético em 88,17%, água em 0,51%, hidrocarbonetos e outros materiais em 3% (percentagem em massa). Os destilados retirados da linha lateral, na parte inferior foram reciclados para o sistema de reação.

Os materiais extraídos da base da torre de destilação azeotrópica foram integrados na parte inferior da torre de lavagem de água e o fluxo de materiais na parte inferior da torre foi 100Kg/hr. Em seguida, a água foi despejada na parte superior da torre de lavagem de água e o fluxo de massa de água foi 500Kg/hr (a relação de fluxo de massa da água em relação aos materiais foi 5). As outras etapas foram as mesmas do exemplo 1. Os hidrocarbonetos pesados obtidos na reação e acumulados no sistema podem ser retirados no momento, após a operação de lavagem de água, e o teor de hidrocarbonetos pesados na parte

inferior da torre de destilação azeotrópica foi controlado na faixa de 1% a 5% em massa. Depois que o dispositivo foi operado continuamente por seis meses, nenhum fenômeno óbvio de formação de crostas existiu na caldeira na parte inferior da torre de destilação azeotrópica.

Exemplo 6

A mistura composta de acetato de sec-butila em 52,79%, ácido acético em 42,71%, hidrocarbonetos e outros materiais em 4,5% (percentagem em massa) foram alimentados na torre de destilação azeotrópica e, em seguida a água como agente azeotrópica foi despejada na torre de destilação azeotrópica com a proporção de massa de acetato de sec-butila em relação à água sendo 4:1. A temperatura na parte inferior da torre de destilação azeotrópica foi 128 °C, e a temperatura na parte superior da torre foi 86,5 °C. Os materiais destilados a partir da superior da torre, após a destilação azeotrópica, consistiam em acetato sec-butila em 95,94% (em massa), ácido acético em 0,01%, água em 1%, hidrocarbonetos e outros materiais em 3,05%. Os materiais destilados podem ser ainda refinados.

Os destilados retirados da linha lateral, na parte inferior da torre de destilação azeotrópica consistiam em acetato sec-butila em 13,68%, ácido acético em 77,61%, água em 4,5%, hidrocarbonetos e outros materiais em 4,21% (percentagem em massa). Os destilados retirados da linha lateral foram reciclados para o sistema de reação.

Os materiais extraídos da base da torre de destilação azeotrópica foram integrados na parte inferior da torre de lavagem de água e o fluxo de materiais na parte inferior da torre de destilação azeotrópica foi 100Kg/hr. Em seguida, a água foi despejada na parte superior da torre de lavagem de água e o fluxo de massa da água foi 1000Kg/hr (a faixa de fluxo de massa da água em relação aos materiais foi 10). Outras etapas foram realizadas no mesmo como no exemplo 1. Os hidrocarbonetos pesados

obtidos na reação e acumulados no sistema podem ser retirados no momento, após a operação de lavagem de água, e o teor de hidrocarbonetos pesados na parte inferior da torre de destilação azeotrópica foi controlado na faixa de 1% a 5% em massa. Depois que o dispositivo foi operado continuamente por 20 dias, nenhum fenômeno óbvio de formação de crostas existiu na caldeira na parte inferior da torre de destilação azeotrópica.

Exemplo 7

A mistura composta de acetato de sec-butila em 52,53%, ácido acético em 42,75%, hidrocarbonetos e outros materiais em 4,72% (percentagem em massa) foram alimentados na torre de destilação azeotrópica, em seguida a água como agente azeotrópica foi despejada na torre de destilação azeotrópica na proporção em massa de acetato de sec-butila em relação à água de 4:1. A temperatura na parte inferior da torre de destilação azeotrópica foi de 125 °C, e a temperatura na parte superior da torre foi de 89,5 °C. Os materiais destilados a partir da parte superior da torre, após a destilação azeotrópica, consistiam em acetato sec-butila em 95,09%, ácido acético em 0,01%, água em 0,9%, hidrocarbonetos e outros materiais em 4% (percentagem em massa). Os materiais destilados podem ser ainda refinados.

Os destilados retirados da linha lateral, na parte inferior da torre de destilação azeotrópica consistiam em acetato de sec-butila em 14,7%, ácido acético em 80,2%, água em 0,9%, hidrocarbonetos e outros materiais em 4,2% (percentagem em massa). Os destilados retirados da linha lateral foram reciclados para o sistema de reação.

Os materiais na parte inferior da torre de destilação azeotrópica foram integrados na parte inferior da torre de lavagem de água e o fluxo de massa do material na parte inferior da torre de destilação azeotrópica foi 100Kg/hr. A água na torre de lavagem de água era estável, isto é, a razão de fluxo de massa

da água em relação aos materiais é 0. Quando o teor ácido no hidrocarboneto pesado foi superior a 1%, a água na torre de lavagem de água foi despejada na torre de destilação azeotrópica, e também a água adicional foi fornecida na torre de lavagem de água ao mesmo tempo. Outras etapas foram realizadas as mesmas do exemplo 1. Os hidrocarbonetos pesados obtidos na reação e acumulados no sistema podem ser retirados no momento, após a operação de lavagem de água, e o teor de hidrocarbonetos pesados na parte inferior da torre de destilação azeotrópica foi controlado na faixa de 1% a 5% em massa. Depois que o dispositivo foi operado continuamente por 80 dias, nenhum fenômeno óbvio de formação de crostas existiu na caldeira na parte inferior da torre de destilação azeotrópica.

REIVINDICAÇÕES

1. MÉTODO DE REMOÇÃO DE HIDROCARBONETOS PESADOS DE PRODUTOS DE REAÇÃO NA PRODUÇÃO DE ACETATO DE SEC-BUTILA, caracterizado pelo fato de que o método compreende: a extração de materiais de uma área de enriquecimento de hidrocarbonetos pesados; a colocação em contato dos materiais com água suficiente para fazer com que o hidrocarboneto pesado nos materiais e a água estratifiquem-se naturalmente, em que o hidrocarboneto pesado está contido na camada superior e a água está contida na camada inferior; e descarreguem a camada superior e reciclem a camada inferior no sistema.

2. MÉTODO de acordo com a reivindicação 1, em que a razão de fluxo em massa de água em relação aos materiais varia de 0 a 20 durante o contato com os materiais que são extraídos da área de enriquecimento de hidrocarboneto pesado com água.

3. MÉTODO de acordo com a reivindicação 2, em que a faixa de fluxo em massa de água em relação aos materiais varia de 0 a 10 durante o contato com os materiais que são extraídos da área de enriquecimento de hidrocarboneto pesado com água.

4. MÉTODO de acordo com as reivindicações 1 a 3, em que a referida área de enriquecimento de hidrocarboneto pesado se refere à área enriquecida com hidrocarbonetos pesados e formada no fundo de uma torre de destilação azeotrópica durante o processo de separação azeotrópica.

5. MÉTODO de acordo com a reivindicação 4, em que o citado processo de separação azeotrópica compreende: a alimentação de uma mistura de acetato de sec-butila, ácido acético e de hidrocarbonetos pesados na torre de destilação azeotrópica, a adição de um agente azeotrópico na torre de destilação azeotrópica para realizar a destilação azeotrópica, e a seguir a evaporação da mistura azeotrópica formada pelo acetato de sec-butila e o agente azeotrópico a partir da parte superior da torre de destilação azeotrópica e, nesse meio tempo,

o ácido acético e os hidrocarbonetos pesados se assentam na parte inferior da torre;

os citados materiais extraídos da área de enriquecimento do hidrocarboneto pesado referem-se aos materiais restantes após a remoção do ácido acético a partir da linha lateral, na parte inferior da torre de destilação azeotrópica;

o citado agente azeotrópico se refere a qualquer substância que pode formar uma mistura azeotrópica com acetato de sec-butila, e a diferença entre o ponto azeotrópico da mistura azeotrópica e o ponto de ebulição do ácido acético é 10°C ou mais.

6. MÉTODO de acordo com a reivindicação 5, em que o citado agente azeotrópico é água.

7. MÉTODO de acordo com a reivindicação 6, em que a temperatura na parte inferior da torre de destilação azeotrópica é controlada na faixa de 100°C a 130°C e a temperatura na parte superior da torre de destilação azeotrópica é controlada na faixa de 75°C a 100°C.

8. MÉTODO de acordo com a reivindicação 7, em que a temperatura na parte inferior da torre de destilação azeotrópica é controlada na faixa de 105°C a 125°C e a temperatura na parte superior da torre de destilação azeotrópica é controlada na faixa de 78°C a 90°C.

9. MÉTODO de acordo com a reivindicação 8, em que o citado ácido acético que é extraído da linha lateral na parte inferior da torre de destilação azeotrópica é reciclado para o sistema de reação da produção de acetato de sec-butila.

10. MÉTODO de acordo com a reivindicação 5, em que o citado ácido acético que é extraído da linha lateral na parte inferior da torre de destilação azeotrópica é reciclado para o sistema de reação da produção de acetato de sec-butila.

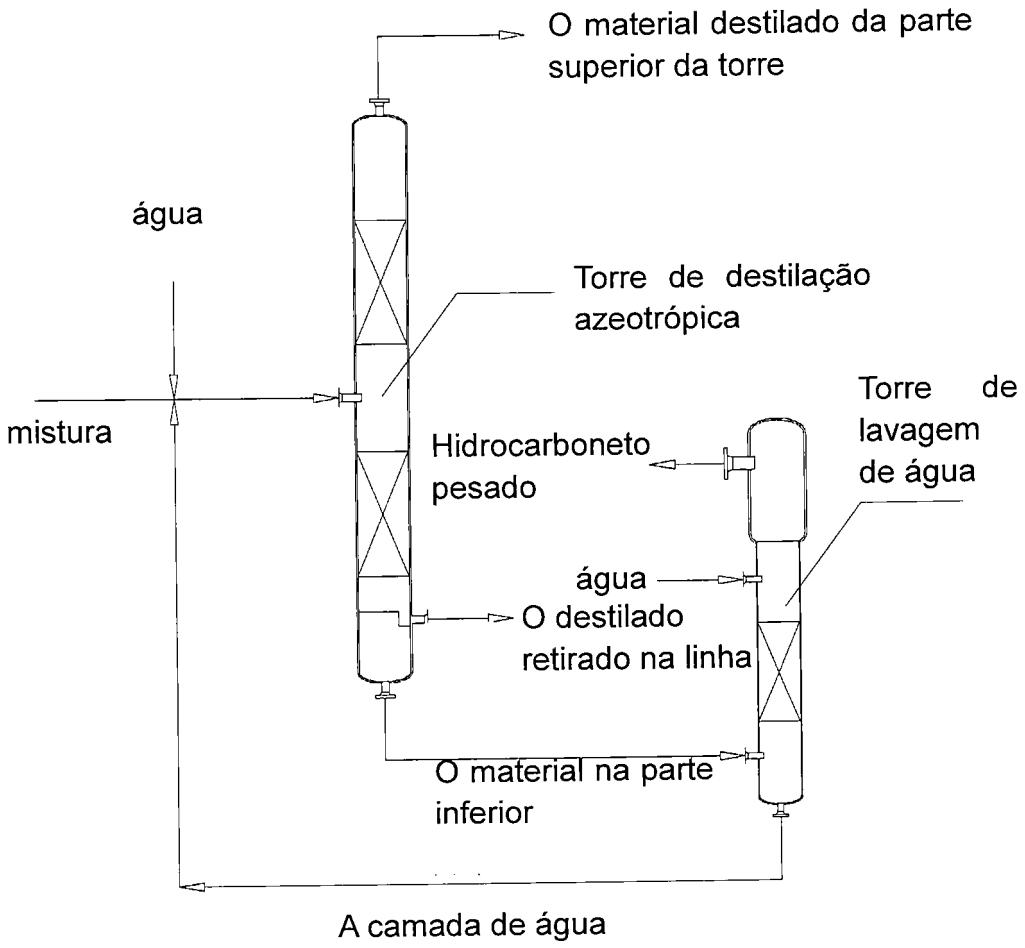

O material destilado da parte superior da torre
água
Torre de destilação azeotrópica
Torre de lavagem de água
mistura
Hidrocarboneto pesado
água
O destilado retirado na linha
O material na parte inferior
A camada de água

FIG.1

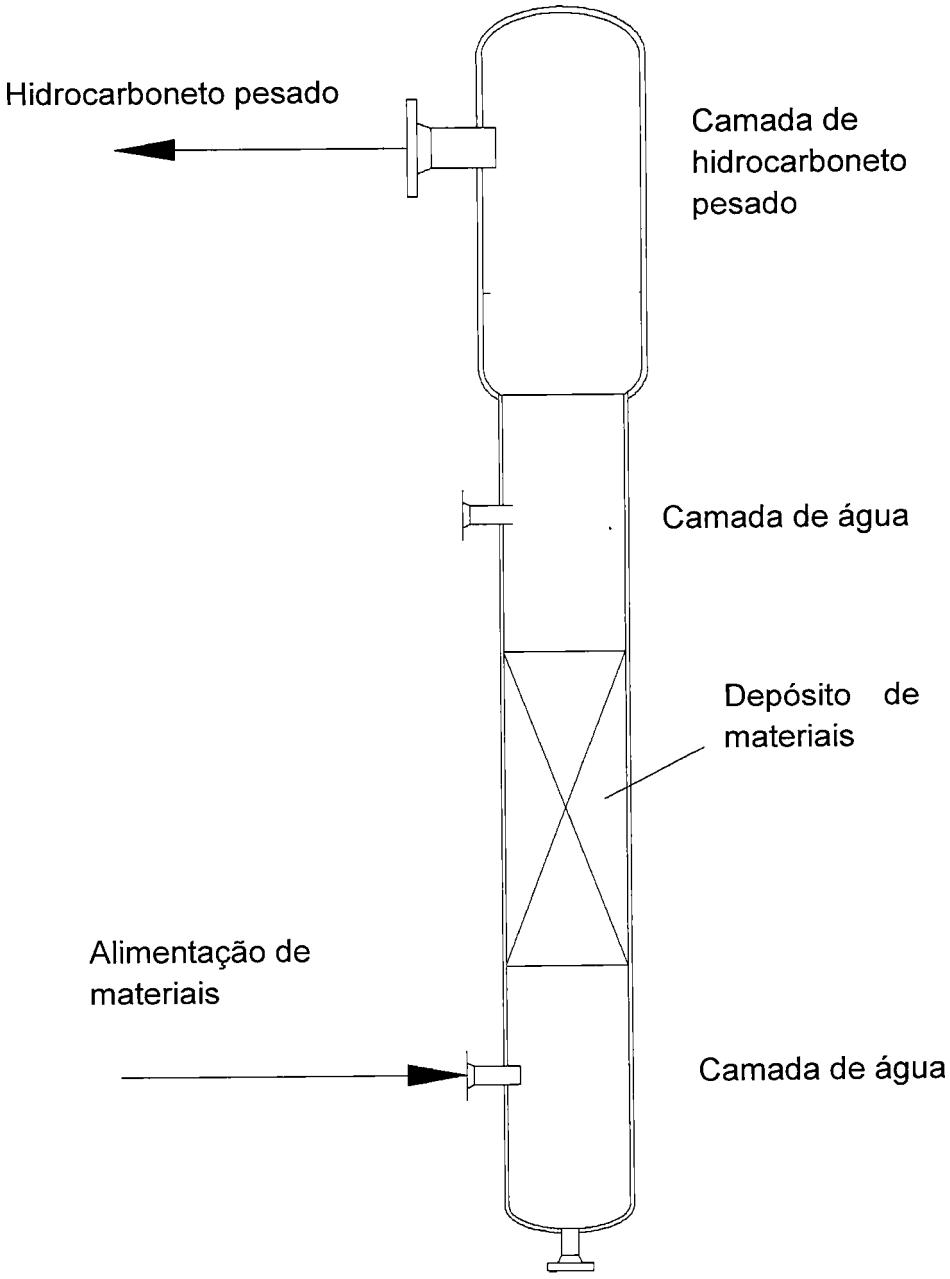

Hidrocarboneto pesado
Camada de hidrocarboneto pesado
Camada de água
Depósito de materiais
Alimentação de materiais
Camada de água

FIG. 2