



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU

K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

202 251

(11) (B 1)

(51) Int. Cl.³ C 07 C 31/24

(61)

(23) Výstavná priorita

(22) Prihlášené 01 06 77

(21) PV 3606-77

(40) Zverejnené 28 02 79

(45) Vydané 31 01 83

(75)

Autor vynálezu SABADOŠ JÚLIUS ing. CSc.,

ZLACKÝ ALOJZ ing. a

LICHVÁR MILAN ing., MICHALOVCE

(54) Spôsob odstránenia metanolu z roztokov pentaerytritolu

1

Vynález popisuje spôsob odstránenia metanolu z roztokov pentaerytritolu pripravených reakciou formaldehydu a acetaldehydu v alkalickom prostredí.

Pri príprave pentaerytritolu z formaldehydu a acetaldehydu v alkalickom prostredí, okrem hlavnej reakcie vedúcej k tvorbe pentaerytritolu a mravčanu príslušného alkalického kovu, prebieha súčasne vnútorná Cannizzarova reakcia formaldehydu za tvorby metanolu a mravčanu alkalického kovu podľa rovnice:



kde Me je kation alkalického kovu. Množstvo vzniknutého metanolu je závislé od podmienok udržiavaných pri hlavnej reakcii prípravy pentaerytritolu. Okrem metanolu vzniknutého Cannizzarovou reakciou formaldehydu je ďalšie množstvo metanolu privádzané do reakčného roztoku s formaldehydom, ktorý už ako východzia surovina obsahuje 0,5 - 6 % metanolu. Ďalšia časť metanolu môže byť privádzaná z extrakčného stupňa, kde sa zo suspenzie recyklovaného prúdu mravčanu a pentaerytritolu oddeľujú sirupy rozpúšťaním v metanole, pričom vlhký filtračný koláč je vračaný späť do neutralizovaného reakčného roztoku.

Spôsob spracovania vyššie uvedených roztokov je podmienený obsahom metanolu v reakčnom roztoku. V prípade zanedbateľného priebehu vnútornej Cannizzarovej reakcie formaldehydu za nízkeho obsahu metanolu (pod 1 % hmotové) vo vstupnom formaldehyde a bez použitia extrakcie sirupov metanolom, celé množstvo metanolu odchádza v brydových parách a nie je ekonomicky výhodné izolovať ho. Ak je priebeh vnútornej Cannizzarovej reakcie významnejší, alebo sa v reakcii použije formaldehyd s vyšším obsahom metanolu resp. použije sa extrakčný postup izolácie sirupov metanolom, množstvo metanolu v reakčnom roztoku je značné a tento sa z roztoku odstraňuje vakuovou alebo atmosférickou rektifikáciou. Tento postup vyžaduje veľkú spotrebu energie (pary), vyznačuje sa tepelným namáhaním roztokov pri zvýšených teplotách (nad 80°C), priebehom nežiadúcich vedľajších reakcií za tvorby produktov sťažujúcich izoláciu, znižuje separačnú mohutnosť a zvyšuje farebnosť roztokov pentaerytritolu.

Podstatou tohoto vynálezu je spôsob odstránenia metanolu a roztokov pentaerytritolu bez tepelného namáhania roztokov a bez tvorby nežiadúcich vedľajších produktov. Neutralizovaný a pevných podielov zbavený reakčný roztok obsahujúci 0,1 až 5,0 % metanolu sa vedie do prvého člena trojčlennej prípadne viacčlennej odparky pracujúcej za podtlaku pri 40 - 60°C, kde sa podstatné množstvo metanolu oddestiluje. Získaný vodnometanolický roztok je možné zakonzentrovat v rektifikačnej kolóne a znova ho využiť v extrakčnom stupni technologického postupu. Reakčný roztok, ktorý je v prvom člene odpariek zbavený podstatnej časti metanolu je privádzaný do ďalších odpariek na zahustenie až do stupňa jeho nasýtenosti na pentaerytritol pri teplotách 70 - 90°C. Pri doteraz známych postupoch oddelovania metanolu z reakčného roztoku v rektifikačnej kolóne pri teplotách nad 80°C dochádza k tepelnej degradácii produktov reakcie formaldehydu a acetaldehydu, čo sa prejavuje znížením výťažnosti pentaerytritolu a zhoršením jeho kvality. Dôležitou výhodou navrhovaného postupu je získanie metanolu pri zníženom tepelnom namáhaní celého množstva reakčného roztoku pentaerytritolu, čo sa kladne prejaví na výťažnosti pentaerytritolu a jeho kvalite. Ďalšou výhodou tohoto postupu je zakonzentrovávanie metanolu z vodnometanolického roztoku v rektifikačnej kolóne za neprítomnosti pentaerytritolu, mravčanu alkalického kovu a ostatných sirupovitých látok, ktoré sa nachádzajú v reakčnom roztoku. Táto výhoda sa kladne prejaví na znížení investičných nákladov potrebných na strojno-technologické zariadenie a tiež v podstatnej miere sa zníži spotreba energie (pary a elektriny).

Príklad 1 je porovnávací

Reakčný roztok pripravený reakciou formaldehydu a acetaldehydu v alkaliickom prostredí spolu s vratným prúdom z extrakcie zmesných solí, obsahujúci 9,2 % hmot. pentaerytritolu a 2,0 % metanolu v 15 000 kg/h roztoku sa vedie na vakuovú rektifikačnú kolónu pracujúcu pri 80°C na spodku kolóny a tlaku 34 kPa na hlave kolóny. Získa sa destilát v množstve 270 kg/h o koncentrácii 95 % metanolu. Metanolu zbavený reakčný roz-

tok z päty kolóny v množstve 14 700 kg/h obsahuje 9,05 % pentaerytritolu sa vedie do trojčlennej odparky a spracuje sa známym postupom.

Nevýhodou tohoto postupu je značná energetická náročnosť a strata 50 kg/h pentaerytritolu, ktorý reaguje s vedľajšími produktami pri teplote 80°C.

Príklad 2

Reakčný roztok pripravený reakciou formaldehydu a acetaldehydu v alkalickom prostredí, spolu s vratným prúdom z extrakcie zmesných solí, obsahujúci 9,2 % hmot. pentaerytritolu a 2,0 % metanolu v 15 000 kg/h roztoku sa vedie do prvého člena trojčlennej odparky, kde pri teplote 50°C a tlaku 12,5 kPa sa získa 3010 kg/h destilátu s koncentráciou metanolu 7,5 %. Roztok zbavený podstatnej časti metanolu v množstve 11 990 kg/h obsahujúci 11,5 % pentaerytritolu sa vedie do ďalších členov odparky. Zo získaného množstva vodnometanolickeho roztoku sa za vákua odrektifikuje 230 kg/h destilátu o koncentrácii metanolu 98 % a použije sa v extrakčnom stupni separácie pentaerytritolu.

Výhodou tohoto postupu oproti predchádzajúcemu sú zanedbateľné straty pentaerytritolu pri odparovaní pri 50°C, znížená farebnosť roztokov a o 30 % nižšia spotreba energie oproti postupu uvádzanom v príklade 1. Vzhľadom na cenové relácie jednotkových množstiev pentaerytritolu a metanolu je postup uvedený v príklade 2 jednoznačne výhodnejší.

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

1. Spôsob odstránenia metanolu z roztokov pentaerytritolu pripravených reakciou formaldehydu a acetaldehydom v alkalickom prostredí vyznačujúci sa tým, že odstránenie metanolu z roztokov pentaerytritolu obsahujúcich 0,1 - 5 % metanolu je prevádzané jednostupňovou destiláciou v prvom člene dvojčlennej resp. viacčlennej vákuovej odparky pri teplotách 40 - 60°C, s výhodou 50°C a roztok pentaerytritolu, z ktorého bol odstránený metanol sa ďalej spracuje známym postupom.
2. Spôsob spracovania vodnometanolickeho kondenzátu získaného podľa bodu 1 vyznačujúci sa tým, že vodnometanolickeý kondenzát získaný z prvého člena odpariek je zakonzentrovávaný v rektifikačnej kolóne na minimálny obsah metanolu 90 %, pričom získaný metanol sa použije na ďalšie spracovanie s výhodou na extrakciu sirupov v ďalšom stupni tohoto technologického postupu.