



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVEDČENÍU

195087

(11)

(B1)

/22/ Prihlášené 25 07 77
/21/ /PV 4912-77/

(40) Zverejnené 28 04 79

(45) Vydané 15 04 82

(51) Int. Cl.³
G 07 C 31/24

(75)

Autor vynálezu

SABADOŠ JÚLIUS ing. CSc. a LICHVÁR MILAN ing., MICHALOVCE

(54) Spôsob kontinuálnej prípravy pentaerytritolu

I

Vynález popisuje spôsob delenia surovín pri výrobe PE z formaldehydu a acetaldehydu za prítomnosti alkálií.

Pre dosiahnutie žiadúcej výťažnosti pentaerytritolu v jeho priemyselnej príprave sú volené rôzne reakčné podmienky, ktoré závisia od použitého molárneho pomeru formaldehydu k acetaldehydu, od použitej alkálie i od použitého reakčného systému.

Ďalším dôležitým faktorom, ovplyvňujúcim celkovú ekonomiku procesu, je použitie optimálnej koncentrácie aldehydov v reakčnom systéme, ktoré je možno ovplyvniť množstvom v reakcii pridávanej zriedovacej vody. Používané vyššie koncentrácie formaldehydu a jeho prebytky dávajú výrobok strednej kvality a nepriaznivo ovplyvňujú snahu získať v reakcii čo najvyššie možnú koncentráciu PE. Na druhej strane príliš zriedené roztoky v reakcii zhoršujú ekonomiku výroby PE, nakoľko prakticky celú časť zriedovacej vody je treba v priebehu procesu izolácie PE odpariť. V patentnej literatúre je uvádzaná počiatočná koncentrácia formaldehydu v reakčnom systéme v rozmedzí od 7,5 % hmot. do 20,25 % hmot. Táto koncentrácia je hlavne závislá od použitého molárneho pomeru formaldehydu k acetaldehydu. Pri použití molárneho pomeru formaldehydu k acetaldehydu nižšieho ako 5:1 zvyšovanie koncentrácie formaldehydu nepriaznivo ovplyvňuje tak kvalitu, ako aj množstvo vyrobeného PE. Pri kontinuálnej výrobe PE sú známe tri spôsoby dávkovania surovín. Pri prvom spôsobe sú formaldehyd, acetaldehyd a použitá alkália dávkované naraz do reaktora, resp. do prvého stupňa viacstupňového reakčného systému.

2

Takýto spôsob dávkovania si vyžaduje použitie vysokých molárnych pomerov formaldehydu ku acetaldehydu a veľmi intenzívny odvod reakčného tepla, avšak pomerne jednoduchý reakčný systém.

Druhým spôsobom je dávkovanie celého množstva formaldehydu a použitej alkálie do prvého stupňa viacstupňového reakčného systému a dávkovanie acetaldehydu je rozdelené na 2-7 častí, ktoré sú dávkované do prvého a ďalších stupňov reakčného systému.

Uvedený spôsob umožňuje použitie nižších východných molárnych pomerov formaldehydu k acetaldehydu a teda menšie energetické nároky na oddestilovanie zriedovacej vody, prípadne prebytku formaldehydu v priebehu spracovania reakčného roztoku.

Pri treťom spôsobe dávkovania pri použití viacstupňového reakčného systému po častiach pridávaný nielen acetaldehyd, ale aj vodný roztok alkálie, pričom dávkovanie týchto surovín nemusí byť udržiavané v ekvivalentnom pomere. V patentovej literatúre, ako aj v publikovaných článkoch, zaoberajúcich sa prípravou PE, sme sa nestretli s delením formaldehydu do jednotlivých stupňov reakčného systému.

Predmetom tohoto vynálezu je nový spôsob dávkovania surovín pri kontinuálnej výrobe PE z formaldehydu a acetaldehydu v alkalickom prostredí, vyznačujúci sa tým, že okrem acetaldehydu je aj formaldehyd delený na 2-4 časti, ktoré sú jednotlivo dávkované do prvých 2-4 členov viacstupňového reakčného systému. Potrebné množstvo alkálií je buď dávkované do prvého reaktora, alebo je to možné dávkovať do viacerých reaktorov /max.

4/, pričom je nutné dodržať koncentráciu alkálií v nadbytku nad ekvimolárnou koncentráciou vznikajúcej pentaerytrózy. Podľa tohoto vynálezu je teda celkové množstvo nastrekovaného formaldehydu delené na viac častí a tieto sú dávkové do viacerých prívých členov reakčného systému, na rozdiel od doteraz používaného spôsobu nástreku celého množstva formaldehydu do jedného reaktora. Pri dávkovaní formaldehydu do jednotlivých reaktorov je potrebné dávkovať aj acetaldehyd minimálne v toľkých častiach ako formaldehyd, nakoľko takýmto spôsobom udržiavaný vysoký molárny pomer formaldehydu ku acetaldehydu umožňuje dosahovať vysoké výťažnosti pentaerytritolu. Pri dávkovaní 50-80 % hmot. formaldehydu z jeho celkového množstva do prvého reaktora sa dosiahne značné zníženie až vylúčenie potreby zriedovacej vody pri zachovaní rovnakej počiatkovej koncentrácie vodno-alkalického roztoku formaldehydu. Zároveň sa dosiahne podstatnejšieho zvýšenia koncentrácie PE v spracovávanom reakčnom roztoku, čo tiež umožňuje zvýšiť výkonnosť technologického zariadenia.

Najdôležitejšou výhodou navrhovaného spôsobu dávkovania je veľká úspora energie /pary/, pretože pri spracovávaní reakčného roztoku je potrebné odpariť oveľa menšie množstvo vody /cca 30-40 %/.

Dávkovanie formaldehydu vo viacerých častiach do viacstupňového reakčného systému má teda hlavne tieto výhody:

1. Zvýšenie výťažnosti PE, ktoré sa dosiela tým, že pri zachovaní celkovej vysokej koncentrácie Fd je možné viesť reakciu pri podstatne nižších počiatkových koncentráciach Fd. Na zvýšenie výťažnosti PE má významný vplyv aj udržiavanie konštantnej koncentrácie Fd v reaktoroch, do ktorých je dávkaný acetaldehyd, ktoré sa dá týmto postupom dosiahnuť.
2. Zníženie energetickej náročnosti procesu pri spracovaní reakčných roztokov tým, že sa zníži potreba zriedovacej vody.
3. Zvýšenie výkonnosti výrobného zariadenia.

P r í k l a d č. 1 - p o r o v n á v a c í

Do prvého reaktora reakčnej kaskády zostávajúcej zo šiestich reaktorov sa dávku-

P R E D M E T V Y N Á L E Z U

Spôsob kontinuálnej prípravy pentaerytritolu z formaldehydu a acetaldehydu v alkalickom prostredí vyznačujúci sa tým, že do reakčného systému, pozostávajúceho z troch až siedmich stupňov, je formaldehyd a/alebo acetaldehyd dávkaný do dvoch, troch alebo štyroch stupňov, vodný roztok alkálie do dvoch stupňov, pričom do prvého stupňa je dávkané 30-100 % formaldehydu, s výhodou 40-60 % hmotových z celkového množstva formaldehydu, 20-70 % acetaldehydu, s výhodou 30 % hmotových z celkového množstva acetaldehydu, 50-100 % vodného roztoku alkálie, s výhodou 80 % hmotových z celkového množstva vodného roztoku alkálie, do druhého stupňa je dávkané 0-60 % formalde-

hydu, s výhodou 30-40 % hmotových z celkového množstva formaldehydu, 10-60 % acetaldehydu, s výhodou 30 % hmotových z celkového množstva acetaldehydu, 0-50 % vodného roztoku alkálie, s výhodou 20 % hmotových z celkového množstva vodného roztoku alkálie, do tretieho stupňa je dávkané 0-40 % formaldehydu, s výhodou 15-20 % hmotových z celkového množstva formaldehydu, 0-50 % acetaldehydu, s výhodou 25 % hmotových z celkového množstva acetaldehydu, do štvrtého stupňa je dávkané 0-30 % formaldehydu, s výhodou 10 % hmotových z celkového množstva formaldehydu, 0-30 % acetaldehydu, s výhodou 15 % hmotových z celkového množstva dávkaného acetaldehydu.

je 3,850 kg/h 34,6 % vodného roztoku formaldehydu, 5,460 kg/h 8,4 % roztoku hydroxidu vápenatého, 4,900 kg/h vody a 208 kg/h acetaldehydu. Do druhého reaktora reakčnej kaskády sa dávkuje 141 kg/h acetaldehydu, do tretieho reaktora 104 kg/h acetaldehydu.

Z reakčnej kaskády vystupuje 14 663 kg/h reakčného roztoku, ktorý na výstupe zo šiesteho reaktora kaskády obsahuje 7,45 % pentaerytritolu, t. j. 1092 kg/h. Toto množstvo predstavuje 78% hmot. výťažok pentaerytritolu na dávkaný acetaldehyd. Reakčný roztok sa spracuje známym spôsobom.

P r í k l a d č. 2

Do prvého reaktora reakčnej kaskády to- tožnej s kaskádou v príklade č. 1 sa dávkuje 2310 kg/h 36,4 % formaldehydu, 5460 kg/h 8,4 % roztoku hydroxidu vápenatého, 664 kg/h vody a 208 kg/h acetaldehydu. Do druhého reaktora reakčnej kaskády sa dávkuje 1540 kg/h formaldehydu a 141 kg/h acetaldehydu, do tretieho reaktora 104 kg/h acetaldehydu.

Z reakčnej kaskády vystupuje 10 427 kg/h reakčného roztoku, ktorý obsahuje 11,29 % pentaerytritolu, t. j. 1177 kg/h. Uvedené množstvo predstavuje 84 % výťažok pentaerytritolu, počítaný na dávkaný acetaldehyd.

Takto pripravený roztok sa spracuje známym postupom.

P r í k l a d č. 3

Do prvého reaktora reakčnej kaskády, to- tožnej s kaskádou v príklade č. 1, sa dávkuje 2117,5 kg/h 36,4 % formaldehydu, 5460 kg/h 8,4 % roztoku Ca(OH)₂, 125,5 kg/h acetaldehydu. Do druhého reaktora reakčnej kaskády sa dávkuje 1155 kg/h 36,4 % formaldehydu a 138,3 kg/h acetaldehydu. Do tretieho reaktora reakčnej kaskády sa dávkuje 577,5 kg/h 36,4 % formaldehydu a 125 kg/h acetaldehydu. Do štvrtého reaktora reakčnej kaskády sa dávkuje 64,1 kg/h acetaldehydu. Z reakčnej kolóny vystupuje 9763 kg/h reakčného roztoku, ktorý obsahuje 12,15 % pentaerytritolu, t. j. 1185,8 kg/h. Uvedené množstvo predstavuje 84,7 % výťažok pentaerytritolu, počítaný na dávkaný acetaldehyd. Takto pripravený roztok sa spracuje známym postupom.