



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 28.12.1971 (P. 152528)

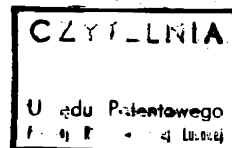
Pierwszeństwo: 29.12.1970 Włochy

Zgłoszenie ogłoszono: 25.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 31.07.1976

MKP C07c 7/08

Int. Cl.² C07C 7/08



Twórca wynalazku: _____

Uprawniony z patentu: Snam Progetti S.p.A. Mediolan (Włochy)

Sposób otrzymywania czystego izoprenu z mieszanin zawierających ten związek

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób otrzymywania czystego izoprenu z mieszanin zawierających ten związek, na drodze destylacji ekstrakcyjnej, przy użyciu organicznego rozpuszczalnika, ewentualnie zawierającego wodę.

Wiadomo, że do wytwarzania polimerów przestrzennych trzeba stosować izopren o wysokim stopniu czystości, ponieważ zanieczyszczenia w stężeniu wyższym od określonej wartości, zwłaszcza zanieczyszczenia cyklopentadienem, szkodzą bardzo samemu procesowi polimeryzacji. Zawartość cyklopentadienu w izoprenie powinna być przeto niższa niż kilka części na milion. Zanieczyszczenia te występują zawsze w mieszaninie węglowodorów o 5 atomach węgla, pochodzącej na przykład z procesów pirolizy i będących głównym źródłem izoprenu. W mieszaninie tej zawartość izoprenu wynosi 10—30%, zależnie od warunków prowadzenia procesu pirolizy.

Znanych jest wiele sposobów ekstrakcji izoprenu z mieszanin zawierających ten związek. Typowy sposób usuwania cyklopentadienu opiera się na tym, że cyklopentadien, po ogrzaniu do temperatury powyżej 80°C, ulega dimeryzacji na dwucyklopentadien, który daje się usunąć przez destylację. W praktyce materiał wyjściowy poddaje się działaniu wysokiej temperatury i ciśnienia, w celu przeprowadzenia dimeryzacji. Jednakże, jeżeli nawet ten zabieg umożliwi usunięcie cyklopentadienu, to jednak równocześnie powoduje znaczne

2

i niepożądane straty izoprenu, ponieważ izopren również wykazuje pewną zdolność reagowania. Ponadto obróbka ta wymaga dość długiego czasu na przeprowadzenie reakcji. Inny sposób usuwania cyklopentadienu polega na destylacji ekstrakcyjnej, prowadzonej w jednej lub w dwóch kolumnach destylacyjnych. Jeżeli w celu oddestylowania izoprenu materiał wyjściowy, zawierający izopren i cyklopentadien, poddaje się destylacji ekstrakcyjnej w obecności odpowiedniego rozpuszczalnika, ewentualnie zawierającego wodę, wówczas cyklopentadien zostaje wyekstrahowany rozpuszczalnikiem, ponieważ lotność właściwa cyklopentadienu jest niższa do lotności właściwej izoprenu. Sposoby te nie umożliwiają jednak otrzymywania izoprenu o czystości, pożądanej przy wytwarzaniu polimerów izoprenu.

Obecnie stwierdzono, że można odzyskiwać izopren z mieszaniny węglowodorów o 5 atomach węgla w procesie prowadzonym ze znaczną elastycznością roboczą, w którym zwłaszcza łatwo odzyskuje się izopren o wymaganym do polimeryzacji stopniu czystości, to jest o zawartości cyklopentadienu niższej od kilku części na milion, a nawet mniejszej od 1 części na milion. Sposobem według wynalazku można otrzymać izopren o wysokiej czystości z dowolnych mieszanin z węglowodorami o 5 atomach węgla, stosując znane rozpuszczalniki, których koszt jest stosunkowo niewielki.

Cechą sposobu według wynalazku jest to, że proces destylacji ekstrakcyjnej prowadzi się kolejno w trzech kolumnach do destylacji ekstrakcyjnej, stosując organiczny rozpuszczalnik, zawierający 1—25% wagowych wody, przy czym rozpuszczalnik odzyskiwany jako produkt denny z drugiej kolumny do destylacji ekstrakcyjnej zawraca się do pierwszej i drugiej kolumny do destylacji ekstrakcyjnej. Jako organiczny rozpuszczalnik stosuje się dowolny, znany rozpuszczalnik taki, jak N-formylmorfolina, morfolina, anilina, acetonitryl, furfural, dwumetyloformamid, dwumetyloacetamid, N-metylopirolidon, nitry kwasu β -metoksypropionowego itp., albo ich mieszaniny. W trzeciej kolumnie destylacyjnej stosuje się rozpuszczalnik taki sam, jak w obu pierwszych kolumnach albo inny, przy czym zawartość wody w rozpuszczalniku stosowanym w pierwszych dwóch kolumnach może być inna niż zawartość wody w rozpuszczalniku stosowanym w trzeciej kolumnie.

Proces według wynalazku prowadzi się w ten sposób, że surowiec, składający się głównie z węglowodorów o 5 atomach węgla, zawierający izopren, który ma być odzyskany, wprowadza się do kolumny destylacji ekstrakcyjnej, do której doprowadza się także odpowiedni rozpuszczalnik zawierający wodę, zwany w dalszym ciągu ogólnie „rozpuszczalnikiem”. Produkt, odbierany ze szczytu tej kolumny, usuwa się z obiegu. Produkt odbierany ze spodu tej kolumny, wprowadza się do drugiej kolumny destylacji ekstrakcyjnej, którą zasila się innym rozpuszczalnikiem. Produkt, odbierany z wierzchołka drugiej kolumny, wprowadza się do trzeciej kolumny destylacji ekstrakcyjnej, którą również zasila się rozpuszczalnikiem pochodzącym z kolumny odpędowej. Produkt, odbierany ze szczytu trzeciej kolumny destylacji ekstrakcyjnej, zawierający prawie cały izopren, kieruje się do znanego procesu rektyfikacyjnego, w celu odzyskania izoprenu o żądanej czystości.

Produkt, odbierany ze spodu tej kolumny, kieruje się do kolumny odpędowej, w celu odzyskania rozpuszczalnika, którym jak już wspomniano, zasila się następnie trzecią kolumnę destylacji ekstrakcyjnej. Ze szczytu kolumny odpędowej odprowadza się strumień rozpuszczalnika, zawracając go do obiegu drugiej kolumny destylacji ekstrakcyjnej lub odprowadza się go, albo łączy ze strumieniem bocznym drugiej kolumny destylacji ekstrakcyjnej. Strumień ten można kierować do stadium oddzielania cyklopentadienu i odzyskiwania zawartego w nim izoprenu albo, zależnie od potrzeby, odprowadza się go. Strumień ten, przed skierowaniem go do stadium oddzielania, o ile jest to założone, poddaje się procesowi dimeryzacji cyklopentadienu i innych substancji zdolnych do reakcji Dielsa-Aldera. Otrzymany w ten sposób strumień izoprenu uwalnia się od związków acetylenowych znanymi metodami, przed skierowaniem go do obiegu do pierwszej kolumny destylacji ekstrakcyjnej. W stadium odpędzania, w celu odzyskania rozpuszczalnika, przewidziane jest odprowadzenie dimerów cyklopentadienu i innych dienów z fazy gazowej urządzenia do ponownego odparowywania skroplonych par lub z miejsca w

kolumnie znajdującego się między tym urządzeniem a zasilaniem kolumny. Operacja ta jest możliwa dzięki obecności wody w rozpuszczalniku, której obecność, jak już wspomniano, stanowi jedną z charakterystycznych cech sposobu według wynalazku.

Sposób według wynalazku obejmuje zasadniczo następujące stadia procesu: wprowadzenie materiału zasilającego do kolumny destylacji ekstrakcyjnej w obecności odpowiedniego rozpuszczalnika zawierającego wodę; wprowadzanie produktu odbieranego ze spodu pierwszej kolumny do drugiej kolumny destylacji ekstrakcyjnej, zawsze w obecności rozpuszczalnika zawierającego wodę; wprowadzanie produktu odbieranego u szczytu drugiej kolumny do trzeciej kolumny destylacji ekstrakcyjnej, do której doprowadza się inny rozpuszczalnik zawierający wodę; odprowadzanie ze szczytu trzeciej kolumny strumienia zawierającego izopren, który kieruje się do normalnej rektyfikacji; odprowadzanie ze spodu trzeciej kolumny strumienia, kierowanego następnie do kolumny odpędowej w celu odzyskania rozpuszczalnika; usuwanie oligomerów i dimerów powstałych w dolnej części kolumny odpędowej; odprowadzanie strumieni zawierających zasadniczo izopren i cyklopentadien bocznym przewodem z drugiej kolumny destylacji ekstrakcyjnej i ze szczytu kolumny odpędowej, przy czym pierwszy strumień odprowadza się lub poddaje dimeryzacji, oddzielaniu związków acetylenowych znanymi metodami i odzyskaniu izoprenu przez zawrócenie go do pierwszej kolumny destylacji ekstrakcyjnej, zaś drugi strumień wprowadza się do obiegu do drugiej kolumny destylacji ekstrakcyjnej lub odprowadza go, albo poddaje dimeryzacji i po oddzieleniu zwykłymi metodami związków acetylenowych, odzyskuje się izopren.

Przytoczony szczegółowy opis podaje przykład możliwej postaci sposobu według wynalazku i nie ograniczając jego zakresu ma na celu bliższe wyjaśnienie sposobu.

Zaznacza się jednocześnie, że można stosować także część sposobu według wynalazku.

W opisie omówiono ogólniejszy przypadek, w którym prowadzone są stadia dimeryzacji i odzyskiwania izoprenu ze wspomnianego strumienia. Schemat urządzenia do stosowania sposobu według wynalazku podano na rysunku.

Przewodem 1 wprowadza się do pierwszej kolumny 3 destylacji ekstrakcyjnej materiał zasilający, składający się z węglowodorów o 5 atomach, pochodzący na przykład z procesu pirolizy, zawierający izopren przeznaczony do odzyskania. Do tej samej kolumny wprowadza się także rozpuszczalnik przewodem 7. Nasycone i etylenowe związki trudno rozpuszczalne w rozpuszczalniku odprowadza się ze szczytu kolumny 3 przewodem 2, podczas gdy izopren, inne dieny i związki acetylenowe, łatwiej rozpuszczalne w rozpuszczalniku, odprowadza się ze spodu tej kolumny przewodem 11. Korzyścią sposobu według wynalazku jest to, że w początkowym materiale zasilającym, wprowadzanym do kolumny 3, cyklopentadien może występować także w dość wysokim stosunku

w odniesieniu do izoprenu (około 1:1) i nie ma potrzeby jego wstępnego częściowego usuwania dla uzyskania u spodu kolumny 3 dużego stężenia dienów, które umożliwi utrzymanie stosunkowo niskiej temperatury w urządzeniu do ponownego odparowywania skroplonych par, w celu ograniczenia znanego zjawiska polimeryzacji dienów w wysokiej temperaturze. W ten sposób unika się zwykle do tego celu stosowanego zawracania izoprenu na spód kolumny. Strumieniem odprowadzanym ze spodu kolumny 3 zasila się poprzez przewód 11 drugą kolumnę 12 destylacji ekstrakcyjnej, w której następuje oddzielenie większej części cyklopentadienu i węglowodorów acetylenowych od izoprenu.

Kolumna ta w sposobie według wynalazku działa w ten sposób, że zmniejsza jak najbardziej zawartość cyklopentadienu w strumieniu uchodzącym ze szczytu kolumny, korzystnie do wartości kilku procent, a w bocznym strumieniu przewodem 20 usuwa się z materiału zasilającego cyklopentadien i większość związków acetylenowych. Ze spodu kolumny 12 odprowadza się przewodem 10 rozpuszczalnik i przewodem 9 kieruje go na szczyt kolumny 3 i na szczyt kolumny 12. Boczny strumień, odprowadzony przewodem 20, może zawierać także znaczne ilości izoprenu i dlatego można go poddać w urządzeniu 23 termicznej dimeryzacji cyklopentadienu, po czym po przejściu przez kolumnę odpędową 18 i po usunięciu związków acetylenowych zwykłymi metodami w urządzeniu 6 odzyskuje się izopren i zawraca go przewodem 8 do odpowiedniego miejsca w obiegu. Jak wyżej wspomniano, ten boczny strumień można także odprowadzić z układu.

Zaletą sposobu według wynalazku jest uzyskiwanie poprzez kolumnę 12 stałego składu materiału wprowadzanego przewodem 13 do ostatniej kolumny 14 destylacji ekstrakcyjnej, której zadaniem jest wytworzenie izoprenu o żądanym stężeniu cyklopentadienu i polarnych związków acetylenowych. Kolumna 14 ma znaczenie istotne i najlepiej jest, gdy przerabia się w niej strumień izoprenu, zawierający cyklopentadien w dość małych ilościach, korzystnie około 1%. Wspomniana zaleta polega na tym, że nawet wtedy, gdy ilość cyklopentadienu w początkowym materiale zasilającym zmienia się znacznie, to dzięki elastyczności roboczej kolumny 12 możliwe jest zmienianie stosunku cyklopentadienu i izoprenu w bocznym strumieniu tej kolumny i odprowadzanie materiału o stałym składzie. Z drugiej strony, nie jest nawet konieczne przeprowadzenie dokładnego odpędzenia rozpuszczalnika u spodu kolumny 12, skoro możliwie małe ilości cyklopentadienu w rozpuszczalniku odprowadzanym przewodem 10 nie powodują niebezpiecznego skażenia cyklopentadienem, ponieważ rozpuszczalnik opuszczający kolumnę 12 ma tylko znaczenie dla kolumny 3 i 12, nie zaś dla kolumny 14 (końcowa kolumna destylacji ekstrakcyjnej), w której to zanieczyszczenie byłoby bardzo niebezpieczne. Wspomniane działanie umożliwia także stosowanie różnych rozpuszczalników albo takiego samego rozpuszczalnika o

różnych zawartościach wody odpowiednio w kolumnach 3, 12 i 14.

Inną korzyść sposobu według wynalazku stanowi możliwość przeprowadzenia dimeryzacji cyklopentadienu w tym miejscu obiegu. W rzeczywistości, zgodnie z podanym schematem, obróbkę prowadzi się stosując strumienie o wysokim stężeniu cyklopentadienu, dzięki czemu zmniejsza się pojemność reakcyjną, czas trwania reakcji i straty izoprenu. Związki acetylenowe oddziela się za pomocą metod znanych. Dogodnie jest prowadzić rozdział strumienia bogatego w izopren, otrzymywanego u szczytu kolumny odpędowej 18, której zadaniem jest usuwanie z obiegu ze spodu kolumny 18 przewodem 5 dwucyklopentadienu i innych produktów powstałych zgodnie z reakcją Dielsa-Aldera. Strumień, odprowadzany ze szczytu kolumny 12 przewodem 13, doprowadzany jest do ostatniej kolumny 14 destylacji ekstrakcyjnej. Strumień ten składa się zasadniczo z izoprenu, piperylenu, kilku procent cyklopentadienu i pozostałych związków acetylenowych. Izopren odprowadza się ze szczytu kolumny 14 przewodem 15 razem z piperylenem i pożądanymi ilościami cyklopentadienu i polarnych związków acetylenowych, podczas gdy przewodem 26 odprowadza się strumień dolny, składający się z rozpuszczalnika, zawierającego cyklopentadien i związki acetylenowe, kierując go razem z pewną ilością izoprenu do końcowej kolumny odpędowej 25. Cyklopentadien, związki acetylenowe i izopren, opuszczające szczyt kolumny 25 można zawracać do obiegu w odpowiednim miejscu lub kierować przewodem 21 i 22 do urządzenia dimeryzacyjnego 23 i przewodem 24 do następnego układu odzyskiwania izoprenu albo usunąć z obiegu, o ile to dogodne, lub także korzystnie zawrócić do obiegu do kolumny 12. Rozpuszczalnik, uchodzący ze spodu kolumny 25, doprowadza się przewodem 4 na szczyt kolumny 14, przy czym w rozpuszczalniku tym bezwzględnie nie powinien znajdować się cyklopentadien.

Znaczne korzyści uzyskuje się w sposobie według wynalazku przez usunięcie z fazy gazowej, w urządzeniu do ponownego odparowywania skroplonych par lub z miejsca w dolnej części kolumny odpędowej 25, oligomerów i dimerów cyklopentadienu i innych dienów przewodem 27. Operację tę ułatwia obecność wody w rozpuszczalniku. Usunięcie dimerów cyklopentadienu z rozpuszczalnika odprowadzanego ze spodu kolumny 25 i kierowanego na szczyt kolumny 14 wyklucza niebezpieczeństwo zanieczyszczenia na skutek przemiany dwucyklopentadienu w cyklopentadien, co mogłoby nastąpić w niektórych miejscach górnej części kolumny 14, zaś usuwanie oligomerów zmniejsza ilość osadu na ścianach kolumny. Strumień, odbierany u szczytu kolumny 14, zawierający żadaną ilość cyklopentadienu i bardziej polarne związki acetylenowe, prowadzi się przewodem 15 do kolumny rektyfikacji końcowej 16, z której szczytu odprowadza się przewodem 17 pozostałości lekkie, podczas gdy inne węglowodory ciężkie usuwa się ze spodu przewodem 28, zaś z górnej części tej kolumny, bocznym strumieniem 29,

odprowadza się izopren o jakości nadającej się do polimeryzacji. Produkt, uchodzący ze szczytu kolumny 16 przewodem 17, miesza się z produktem odbieranym ze szczytu kolumny 18 i przewodem 19 przechodzi do urządzenia 6 w celu oddzielenia związków acetylenowych, po czym wprowadzany jest przewodem 8 do kolumny 3. Oczywiście ma to miejsce, gdy przewidziany jest proces dimeryzacji dwóch strumieni 20 i 21 lub co najmniej jednego z nich i następna operacja odzyskiwania izoprenu. W przeciwnym razie strumień 17 zostaje odprowadzony. Co się tyczy rozpuszczalnika, korzystnym jest, aby podwielokrotna jego część była odprowadzana w sposób ciągły z dwóch oddzielnych obiegów rozpuszczalnika i po obróbce regeneracyjnej wprowadzana była ponownie do obiegu. Koniecznym jest także, aby rozpuszczalnik zawierał małą ilość substancji zdolnych hamować polimeryzację.

Poniżej podano, z powołaniem się na załączony rysunek, dwa przykłady stosowania sposobu według wynalazku, nie ograniczające jego zakresu.

Przykład I. Do kolumny 3 wprowadza się strumień 100 moli na godzinę węglowodorów o 5 atomach węgla, o następującym składzie w procentach molowych:

Nasycone i etylenowe węglowodory	
o 4 atomach węgla	= 0,2%
izopentan	= 8,6%
n-pentan	= 11,8%
3-metylobuten-1	= 0,7%
penten-1	= 4,0%
trans-penten-2	= 3,0%
2-metylobuten-1	= 8,3%
cis-penten-2	= 1,7%
2-metylobuten-2	= 3,9%
cyklopentan	= 0,5%
pentadien-1,4	= 1,9%
izopren	= 25,5%
cyklopenten	= 2,4%
trans-pentadien-1,3	= 7,7%
pentadien-2,3	= 3,9%
butyn-2	= 0,5%
cyklopentadien	= 15,2%
izopropenyloacetylen	= 0,2%

Proces prowadzi się w następujących warunkach:

ciśnienie u szczytu kolumny: 1,2 kG/cm²
temperatura w dolnej części kolumny: 100°C
L/D = 2,5 (stopień deflegmacji)
liczba pól = 70
rozpuszczalnik: formylomorfolina — woda (5% wagowych wody),
prędkość przepływu rozpuszczalnika = 100 kg/godzinę (strumień przewodem 7)

Ze szczytu kolumny 3 odprowadza się strumień o następującym składzie w molach/godzinę:

Nasycone i etylenowe węglowodory	
o 4 atomach węgla	= 0,2
izopentan	= 8,6
n-pentan	= 11,8
3-metylobuten-1	= 0,7
penten-1	= 4,0
trans-penten-2	= 3,0

2-metylobuten-1	= 8,3
cis-penten-2	= 1,7
2-metylobuten-2	= 3,7
cyklopentan	= 0,5
pentadien-1,4	= 1,5
izopren	= 0,3

Strumień, uchodzący ze spodu kolumny 3, miesza się ze strumieniem odprowadzonym ze szczytu kolumny odpędowej 25, po czym wprowadza do kolumny 12, skąd z części dolnej przewodem 20 wypływa strumień o następującym składzie w molach/godzinę:

izopren	= 0,59
cyklopenten	= 0,11
trans-pentadien-1,3	= 3,04
pentadien-2,3	= 2,17
butyn-2	= 0,5
cyklopentadien	= 15,2
izoprenyloacetylen	= 0,2

Rozdział w kolumnie 12 dokonuje się w następujących warunkach:

ciśnienie u szczytu kolumny = 1,2 kG/cm²
temperatura w dolnej części kolumny = 165°C
L/D = 1,5 (stopień deflegmacji)
liczba pól = 65
rozpuszczalnik: formylomorfolina — woda (5% wagowych wody),
prędkość przepływu rozpuszczalnika = 20 kg/godzinę

Strumień uchodzący ze szczytu kolumny 12 doprowadza się do kolumny 14, pracującej w następujących warunkach:

ciśnienie u szczytu kolumny = 1,2 kG/cm²
temperatura w dolnej części kolumny = 100°C
L/D = 1 (stopień deflegmacji)
liczba pól = 75
rozpuszczalnik: formylomorfolina — woda (5% wagowych wody),
prędkość przepływu rozpuszczalnika = 8 kg/godzinę

Ze szczytu kolumny 14 odprowadza się strumień surowego izoprenu, wolnego od cyklopentadienu i polarnych związków acetylenowych (strumień kierowany do końcowej rektyfikacji) o następującym składzie w molach/godzinę:

2-metylobuten-2	= 0,2
pentadien	= 0,4
izopren	= 24,61
cyklopenten	= 2,29
trans-pentadien-1,3	= 4,66
pentadien-2,3	= 1,73

Strumień ze spodu kolumny 14 doprowadzany jest do kolumny odpędowej 25, pracującej w następujących warunkach:

ciśnienie u szczytu kolumny = 1,2 kG/cm²
temperatura w dolnej części kolumny = 155°C
L/D = 0 (stopień deflegmacji)
liczba pól = 25

Strumień uchodzący ze szczytu tej kolumny zawraca się, jak podano, do kolumny 12 w celu odzyskania zawartego w nim izoprenu.

Przykład II. Do kolumny 3 wprowadza się strumień 100 moli na godzinę węglowodorów o 5 atomach węgla, o następującym składzie w procentach molowych:

izopentan	= 7,6%
n-pentan	= 10,5%
3-metylobuten-1	= 0,4%
penten-1	= 2,6%
2-metylobuten-1	= 4,8%
cis-penten-2	= 3,2%
2-metylobuten-2	= 2,9%
izopren	= 30,0%
trans-pentadien-1,3	= 11,2%
butyn-2	= 0,8%
cyklopentadien	= 26,0%

Proces prowadzi się w następujących warunkach

ciśnienie u szczytu kolumny = 1,2 kG/cm²
temperatura w dolnej części kolumny = 80°C
L/D = 3,5 (stopień deflegmacji)
liczba pól = 80
rozpuszczalnik: formylomorfolina—morfolina—woda (35:60:5 wagowo),
prędkość przepływu rozpuszczalnika = 40 kg/godzinę.

Ze szczytu kolumny 3 usuwa się w molach/godzinę:

izopentan	= 7,6
n-pentan	= 10,5
3-metylobuten-1	= 0,4
penten-1	= 2,6
2-metylobuten-1	= 4,8
cis-penten-2	= 3,1
2-metylobuten-2	= 2,7
izopren	= 0,3

Strumień, uchodzący ze spodu kolumny 3, doprowadza się do kolumny 12, do której wprowadza się również strumień ze szczytu kolumny odpędowej 25. Proces prowadzi się w następujących warunkach:

ciśnienie u szczytu kolumny = 1,2 kG/cm²
temperatura w dolnej części kolumny = 165°C
L/D = 2,2 (stopień deflegmacji)
liczba pól = 70
rozpuszczalnik: formylomorfolina—morfolina—woda (35:60:5 wagowo),
prędkość przepływu rozpuszczalnika = 15 kg/godzinę.

Boczny strumień odprowadzany z części odpędowej, po dimeryzacji cyklopentadienu i usunięciu przez uwodornienie związków acetylenowych, kierowany jest do odzyskiwania izoprenu. Strumień ten odprowadzany przewodem 20 ma następujący skład w molach/godzinę:

izopren	= 3,0
trans-pentadien-1,3	= 8,3
butyn-2	= 0,8
cyklopentadien	= 26,0

Strumień, uchodzący ze szczytu kolumny 12, doprowadza się do kolumny 14, pracującej w następujących warunkach:

ciśnienie u szczytu kolumny = 1,2 kG/cm²
temperatura w dolnej części kolumny = 85°C
L/D = 1 (stopień deflegmacji)

liczba pól = 90

rozpuszczalnik: formylomorfolina—morfolina—woda (35:60:5 wagowo),

prędkość przepływu rozpuszczalnika = 8 kg/godzinę

Ze szczytu tej kolumny 14 odprowadza się strumień surowego izoprenu, wolnego od cyklopentadienu i polarnych związków acetylenowych (strumień ten kierowany jest do końcowej rektyfikacji) o następującym składzie w molach/godzinę:

cis-penten-2	= 0,1
2-metylobuten-2	= 0,2
izopren	= 26,7
trans-pentadien-1,3	= 2,9

Strumień ze spodu kolumny 14 doprowadzany jest do kolumny odpędowej 25 pracującej w następujących warunkach:

ciśnienie u szczytu kolumny = 1,2 kG/cm²
temperatura w dolnej części kolumny = 135°C
L/D = 0 (stopień deflegmacji)
liczba pól = 25

Strumień, uchodzący ze szczytu tej kolumny, zostaje zawracany, jak już podano, do kolumny 12, w celu odzyskania zawartego w nim izoprenu.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób otrzymywania czystego izoprenu z mieszanin zawierających obok izoprenu głównie węglowodory nienasycone o 5 atomach węgla, na drodze destylacji ekstrakcyjnej, przy użyciu organicznego rozpuszczalnika, ewentualnie zawierającego wodę, **znamienny tym**, że proces destylacji ekstrakcyjnej prowadzi się kolejno w trzech kolumnach do destylacji ekstrakcyjnej, stosując organiczny rozpuszczalnik zawierający 1—25% wagi wody, przy czym rozpuszczalnik odzyskiwany jako produkt deniny z drugiej kolumny do destylacji ekstrakcyjnej zawraca się do pierwszej i drugiej kolumny do destylacji ekstrakcyjnej.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że jako organiczny rozpuszczalnik stosuje się dowolny znany rozpuszczalnik taki, jak N-formylomorfolina, morfolina, anilina, acetonitryl, furfural, dwumetyloformamid, dwumetyloacetamid, N-metylopirolidon, nityl kwasu β-metoksypropionowego, albo ich mieszaniny.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, **znamienny tym**, że w pierwszych dwóch kolumnach destylacji ekstrakcyjnej stosuje się rozpuszczalniki takie same lub różniące się od rozpuszczalnika zastosowanego w trzeciej kolumnie destylacji ekstrakcyjnej.

4. Sposób według zastrz. 1 lub 2 lub 3, **znamienny tym**, że jeżeli w pierwszych dwóch kolumnach destylacji ekstrakcyjnej stosuje się rozpuszczalnik taki sam lub inny niż w trzeciej kolumnie ekstrakcyjnej, to zawartość wody w rozpuszczalniku stosowanym w pierwszych dwóch kolumnach może być inna niż zawartość wody w rozpuszczalniku stosowanym w trzeciej kolumnie.

