

ROMANIA

(19) OFICIUL DE STAT
PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
București



(11) Nr. brevet: **107250 B1**
(51) Int.Cl.⁵ C 07 C 47/21;
C 07 C 45/84

(12)

BREVET DE INVENTIE

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

(21) Nr. cerere: **149057**

(61) Perfecționare la brevet:
Nr.

(22) Data de depozit: **06.01.92**

(62) Divizată din cererea:
Nr.

(30) Prioritate:

(86) Cerere internațională PCT:
Nr.

(41) Data publicării cererii:
BOPI nr.

(87) Publicare internațională:
Nr.

(42) Data publicării hotărârii de acordare a brevetului:
30.10.93 BOPI nr. 10/93

(56) Documente din stadiul tehnicii:
SU 348543

(45) Data publicării brevetului:
BOPI nr.

(71) Solicitant: Centrul de Cercetări Chimice, Craiova, comuna Ișalnița, județul Dolj, RO

(73) Titular: Centrul de Cercetări pentru Ingrășăminte Chimice, Craiova, comuna Ișalnița, județul Dolj, RO

(72) Inventatori: Săvescu Victoria, Cioroianu Doina, Ionescu Ioana, Simoiu Luminița, RO

(54) Procedeu de purificare a crotonaldehidei

(57) **Rezumat:** Invenția se referă la un procedeu de purificare a crotonaldehidei, prin rectificarea crotonaldehidei tehnice, având un conținut de 83...88% crotonaldehidă, 9...14% apă și restul, până la 100%, alte impurități, procentele fiind în

greutate, într-o coloană cu umplutură de 25...30 unități de transfer, în reflux continuu, la presiune atmosferică, produsul final fiind separat, ca fracțiune laterală, pe unitatea de transfer nr.20...25.

Revendicări: 1

RO 107250 B1



Invenția se referă la un procedeu de purificare a crotonaldehidei, destinată a fi utilizată în industria de medicamente, la obținerea acidului sorbic și la obținerea sorbatului de potasiu de uz alimentar.

În procesul de fabricare a butanolului rezultă, ca produs intermediar, crotonaldehidă tehnică, având un conținut de 83...85% crotonaldehidă, 9...14% apă, procentele fiind în greutate și restul până la 100% alte impurități, cum ar fi: acetona, acetaldehida, dicetenele etc.

Aceste impurități o fac improprie utilizării, ca intermediar în industria de medicamente.

Din literatura de specialitate, este cunoscută îndepărtarea dicetenelor din crotonaldehidă cu apă, adăugată în raport molar de 0,5 : 1, față de cantitatea de dicetenă, urmată de trecerea lichidului printr-o coloană cu rășină schimbătoare de anioni, puternic bazică, de tip gel, cum ar fi Amberlit IRA-68, care prezintă dezavantajul unui conținut de apă mărit, ceea ce o face improprie utilizării ca intermediar în industria de medicamente.

Este cunoscut un procedeu de separare a crotonaldehidei, prin rectificarea produsului brut de la hidratarea acetilenei, format din acetilenă, acetonă, crotonaldehidă și apă, într-o instalație formată din două coloane cu 30...35 unități de tranfer montate în serie, în flux continuu, la presiune atmosferică, materia primă fiind introdusă în prima coloană, cu temperatura de blaz de 110...140°C, produsul fiind separat ca produs de vârf din a doua coloană, cu temperatura de blaz de 120...140°C, alimentată cu produsul de blaz de la prima coloană, cu îndepărtarea impurităților ca fracții ușoare și a apei sub forma unui amestec conținând 8...10% în greutate crotonaldehidă ca antrenant, în prima coloană.

Procedeul asigură obținerea crotonaldehidei de înaltă puritate, dar prezintă dezavantajul unor randamente scăzute de separare, precum și al utilizării unei instalații formate din două coloane de

rectificare, cu un număr mare de operații.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este de a stabili materia primă, condițiile tehnice de desfășurare a operației de separare și mijloacele tehnice pentru realizarea acestora astfel, încât să se realizeze o separare bună a produsului final, asigurându-se mărirea randamentului și reducerea numărului de operații tehnologice.

Procedeul, conform invenției, înlătură dezavantajele menționate, prin aceea că se supune rectificării crotonaldehida tehnică rezultată ca produs secundar de la fabricarea butanolului, având un conținut de 83...85% crotonaldehidă, 9...14% apă și restul până la 100% alte impurități, procentele fiind în greutate, într-o coloană cu umplutură cu 25...30 unități de tranfer, cu alimentarea materiei prime pe unitatea de tranfer nr: 5...7 și separarea produsului final, ca flux lateral, pe unitatea de tranfer nr: 20...25, temperatura în blaz fiind 110...140°C, temperatura la vârful coloanei fiind de 83...85°C, iar rația de reflux fiind de 1 : 3.

Procedeul, conform invenției, prezintă următoarele avantaje:

- se obține un produs de înaltă puritate, necesar în industria de medicamente și în industria alimentară;

- se reduc consumurile specifice de materiale și de energie;

- se realizează în instalații existente, fără cheltuieli mari de investiție.

Se dă, în continuare un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu figura care reprezintă instalația de purificare a crotonaldehidei.

Instalația, conform invenției, este formată dintr-o coloană cu umplutură 1, de mare eficacitate, având 25...30 talere teoretice, prevăzută cu un condensator și un vas de separare a fazelor și de reflux

2. Materia primă se introduce în coloană, prin conducta A și reprezintă fluxul A, refluxul se introduce în coloană prin conducta F₁ și reprezintă fluxul F₁, faza apoasă se separă prin conducta F₂

și reprezintă fluxul F₂, produsul de blaz se separă prin conducta F₃ și reprezintă fluxul F₃, iar produsul final se colectează prin conducta F₄ și reprezintă fluxul F₄.

Crotonaldehida tehnică, având un conținut de 83...85% în greutate crotonaldehidă, 9...14% în greutate apă și restul până la 100% alte impurități, reprezentând fluxul A, se supune unei rectificări azeotrope într-o coloană cu umplutură de mare eficacitate, având 25...30 unități de transfer de masă.

Temperatura în blazul coloanei se menține la valoarea de 110...140°C.

Temperatura la vârful coloanei se menține la valoarea de 83...85°C, la o rație de reflux de 1 : 3.

La vârful coloanei se colectează heteroazeotropul apă - crotonaldehidă, reprezentând fluxul F₁, din care, prin răcire, se separă două faze:

- faza apoasă care se recirculă, la faza de sinteză a crotonaldehidei;

- faza organică, formată în principal din crotonaldehidă, care constituie antrenantul și se recirculă ca reflux, rația de reflux fiind 1 : 3.

Produsul de blaz, reprezentând fluxul F₃, îmbogățit în componente mai grei, se prelucrează prin distilare simplă pentru recuperarea crotonaldehidei. Produsul

5

pur, având o concentrație de minimum 99,5%, se separă pe unitatea de transfer nr.20 ca flux lateral și reprezintă produsul final.

10

- 130 kg/h crotonaldehidă tehnică A, de concentrație 83...85%, se introduce într-o coloană de rectificare azeotropă continuă 1, cu 30 talere teoretice la unitatea de transfer 5, cu rație de reflux 1 : 3, la P = 1 bari.

Produsul de vârf se separă, în separatorul de fază, în două faze (temperatura 83...85°C), și anume:

15

- o fază organică F₁, care se recirculă ca reflux în coloană și constituie antrenantul pentru apă.

20

- o fază apoasă F₂, cu un debit de 17,57 kg/h, care conține circa 15% crotonaldehidă și se recirculă la faza de sinteză a crotonaldehidei.

25

Produsul de blaz F₄, colectat cu un debit de 12,43 kg/h se prelucrează prin distilare simplă, pentru recuperarea crotonaldehidei.

30

Produsul pur de concentrație minimum 99,5% crotonaldehidă, se colectează din faza vapori, ca flux F₃ lateral la unitatea de transfer 20, cu un debit de 100 kg/h.

Rezultatele obținute sunt prezentate în tabelul de mai jos, care conține date privind compoziția fluxurilor:

nr. flux	A%	F ₂ %	F ₃ %	F ₄ %
Compoziția				
Crotonaldehidă	86,676	14,884	83,860	99,640
Apă	10,600	78,038	0,070	0,060
Produsi neidentificați	2,724	7,078	16,070	0,300

Revendicare

Procedeu de purificare a crotonaldehidei, prin rectificare la presiune atmosferică, în flux continuu, cu îndepărtarea fracțiilor ușoare ca produse de vârf și a apei sub forma unui amestec azeotrop,

35

cu crotonaldehida recirculată ca reflux, caracterizat prin aceea că, se supune rectificării crotonaldehida tehnică, rezultată ca produs secundar de la fabricarea butanolului, având un conținut de 83...85% crotonaldehidă, 9...14% apă și restul până la 100% alte impurități, procente fiind în greutate, într-o coloană

107250

5

cu umplutură cu 25...30 unități de transfer, cu alimentarea materiei prime pe unitatea de transfer nr. 5...7 și separarea produsului final, ca flux lateral, pe unitatea de

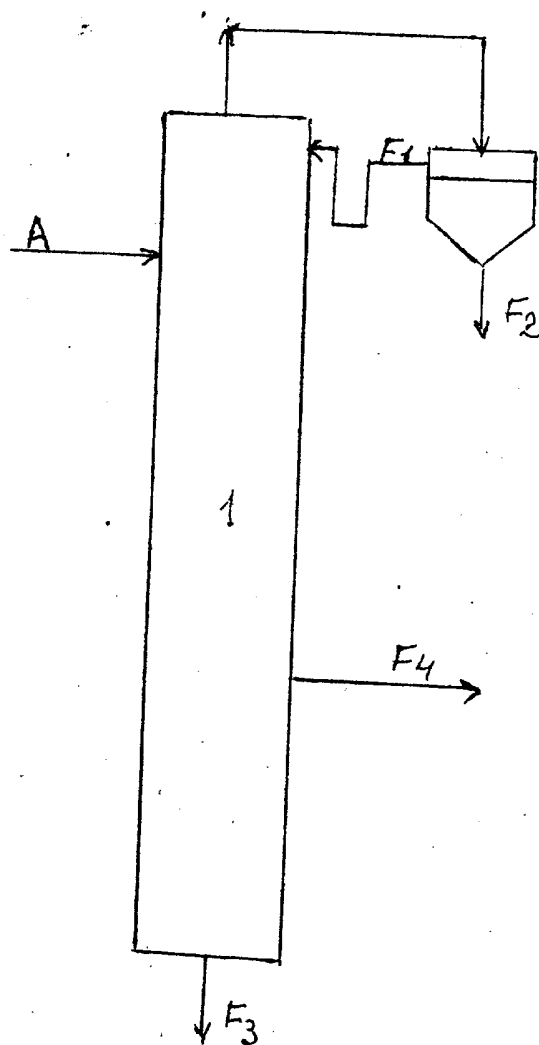
6

transfer nr: 20...25, temperatura în blaz fiind de 110...140°C, temperatura la vârful coloanei fiind de 83...85°C, iar rația de reflux fiind de 1 : 3.

Președintele comisiei de invenții: chim.Novac Maria
Examinator: ing.Ioanițescu Traian

107250

(51) Int. Cl.²: C 07 C 47/21;
C 07 C 45/84



Grupa 12

Preț lei 1465