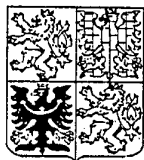


ČESKÁ
REPUBLIKA

(19)



ÚŘAD
PRŮMYSLOVÉHO
VLASTNICTVÍ

(21) Číslo přihlášky: 3184-92

(22) Přihlášeno: 21. 10. 92

(40) Zveřejněno: 18. 05. 94

(47) Uděleno: 10. 03. 95

(24) Oznámeno udělení ve Věstníku: 17. 05. 95

(13) Druh dokumentu: B6

(51) Int. Cl.⁶:

C 07 C 69/14

C 07 C 67/03

C 07 C 67/08

(73) Majitel patentu:

Veselý Václav ing. CSc., Praha, CZ;

(72) Původce vynálezu:

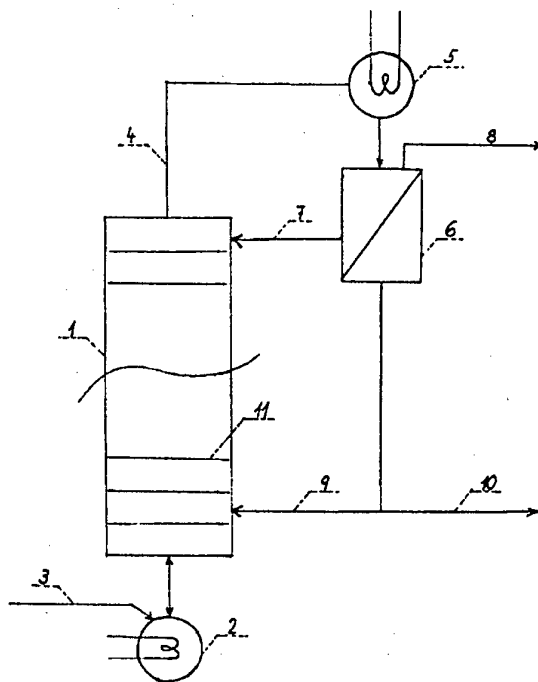
Veselý Václav ing. CSc., Praha, CZ;

(54) Název vynálezu:

**Způsob přípravy izobutylacetátu
a zařízení k jeho provádění**

(57) Anotace:

Způsob přípravy izobutylacetátu reakcí izobutanolu s kyselinou octovou v přítomnosti katalyzátoru, tvořeného anorganickou kyselinou nebo bázeickým iontoměničem, s navazující destilací a separací, při kterém se část vodné fáze z výstupu destilační kolony kontinuálně vrací do destilační kolony nad nástřík v poměru 1 díl na 2 až 4 díly nevratné vodné fáze, a reflux je tvořen organickou fází. Zařízení obsahuje reaktor a vařák (2), napojený na destilační kolonu (1) s dekantérem (6) s výstupem pro organickou fází a výstupem pro vodnou fází, přičemž dekantér (6) má dva výstupy vodné fáze, z nichž jeden je větví (9) zpětného toku napojen na nejvýše druhé teoretické patro destilační kolony (1) nad vařákem (2) a na minimálně druhé teoretické patro pod hlavou destilační kolony (1), a druhý je nevratnou větví (10) napojen na separátor vodné fáze, například stripovací zařízení, a organická fáze má dva výstupy, z nichž jeden je refluxovou větví (7) napojen na hlavu destilační kolony (1).



Způsob přípravy izobutylacetátu a zařízení k jeho provádění

Oblast vynálezu

Vynález se týká způsobu přípravy izobutylacetátu reakcí izobutanolu s kyselinou octovou v přítomnosti katalyzátoru, tvořeného anorganickou kyselinou nebo bázeickým iontoměničem, s navazující destilací a separací a dále zařízení k provádění tohoto způsobu, obsahujícího reaktor a vařák, napojený na destilační kolonu, a dekantér s výstupem pro organickou fázi a výstupem pro vodní fázi. Izobutylacetát se především používá jako rozpouštědlo do barev a laků, v menší míře pak jako extrakční činidlo ve farmacii a biotechnologiích.

Dosavadní stav techniky

Izobutylacetát se většinou připravuje esterifikací násadovým způsobem tak, že se do vařáku destilační kolony předloží reakční směs izobutanolu a kyseliny octové. Jako katalyzátor se používá anorganická kyselina nebo iontoměnič, například podle AO 191357. Odtah z kolony se po ochlazení ve chladiči oddělí v dekantéru, přičemž organická fáze se dále separuje destilací nebo extrakcí.

Nevýhodou tohoto postupu je, že i produkt separace obsahuje nepřipustné množství nezreagované kyseliny octové a ta se pak musí vypírat roztokem sody. To má za následek nejen ztráty kyseliny octové, ale i velkou spotřebu prací vody a tedy i potřebu likvidačního zařízení odpadních vod.

Další nevýhodou tohoto postupu je proměnlivá koncentrace katalyzátoru ve vařáku a s tím související vznik polymerace schopných látek. To má za následek vznik smol, které se usazují na topných registrech. Jejich čištění je nutno provádět mechanicky za namáhavých pracovních podmínek.

Podstata vynálezu

Podstatou způsobu přípravy izobutylacetátu, založeném na reakci izobutanolu s kyselinou octovou v přítomnosti katalyzátoru a následné destilací a separací je, že část vodné fáze destilátu se kontinuálně vrací do destilačního procesu nad nástřik v poměru 1 díl na 2 až 4 díly nevratné vodné fáze a reflux je tvořen organickou fází. Podle vynálezu se tedy určitý podíl obou fází vrací zpět do kolony tak, aby se vytvořila azeotropická směs.

Hmotnostní poměr kyseliny octové k izobutanolu v reakční směsi činí s výhodou 1:1 až 1:3.

Podstatou zařízení, obsahujícího reaktor a vařák, napojený na destilační kolonu s dekantérem, s výstupem pro organickou fázi a výstupem pro vodnou fázi je, že dekantér má dva výstupy pro vodnou fázi, z nichž jeden je větví zpětného toku napojen na nejvýše druhé teoretické patro destilační kolony nad vařákem a na minimálně druhé teoretické patro pod hlavou destilační kolony a druhý je nevratnou větví napojen na separátor vodné fáze, a organická fáze má dva výstupy, z nichž jeden je refluxovou větví napojen na hlavu destilační kolony.

Výhodou způsobu a zařízení podle vynálezu je, že proces probíhá kontinuálně tak, že s esterifikací se zároveň oddestilovává azeotropická směs, pro jejíž tvoření se v destilační koloně trvale navozují podmínky zejména tím, že část vodné fáze se vrací do destilační kolony jako azeotropické činidlo. V důsledku toho pak obsahují organická a vodná fáze pouze zanedbatelné množství nezreagované kyseliny octové. Tím odpadá nutnost vypírání roztokem sody a tedy i velká spotřeba prací vody a její likvidace. To vše znamená značný ekologický i energetický přínos.

Další výhodou je potlačení vzniku smol ve vařáku, což se projevuje v další úspoře provozních nákladů.

Přehled obrázků na výkrese

Obrázek znázorňuje jedno z možných uspořádání zařízení podle vynálezu.

Příklady provedení vynálezu

Zařízení obsahuje destilační kolonu 1 s vestavěnými patry 11. Destilační kolona 1 je spojena s vařákem 2, který v daném provedení slouží současně jako reaktor, opatřený vstupem reakční směsi 3. Vařák 2 má topný registr pro přívod páry, který není na obrázku znázorněn. Odtah 4 z kolony je zaveden do chladiče 5, který je dále spojen s dekantérem 6. Výstup organické fáze z dekantéru 6 tvoří jednak refluxová větev 7, zavedená pod hlavu destilační kolony 1, jednak separační větev 8, napojená na neznázorněný separátor organické fáze, kterým může být destilační kolona nebo extraktor a pod. Výstup vodné fáze z dekantéru 6 tvoří jednak větev zpětného toku 9, jednak nevratná větev 10, napojená na neznázorněný separátor vodné fáze, například stripovací zařízení. Větev zpětného toku 9 je přivedena na druhé teoretické patro nad vařák 2.

Funkce zařízení vyplývá z následujícího popisu. Páry z destilační kolony 1 totálně kondenzují v chladiči 5, odkud destilát stéká do dekantéru 6, kde se dělí na organickou a vodnou fázi. Část organické fáze se vrací refluxovou větví 7 jako reflux do destilační kolony 1. Množství refluxu a odtahované organické fáze separační větví 8 se měří rotametrem. Vodná fáze se odbírá ze spodu dekantéru 6 přes přepad a je opět rozdělována do větve zpětného toku 9, kterou je přiváděna na druhé teoretické patro nad vařákem 2 a do nevratné větve 10, kterou je odváděna do neznázorněného separačního zařízení, například stripovací kolony.

Příklad 1.

K přípravě izobutylacetátu bylo použito zařízení s náplňovou destilační kolonou o průměru 200 mm a výšce 9 m.

Náplň tvořily skleněné kroužky. Obsah vařáku byl 250 l.

Reakční směs byla připravena v poměru 3 hmotnostní díly kyseliny octové a 7 hmotnostních dílů izobutanolu. Do vařáku bylo předloženo 2 kg 98% kyseliny sírové jako katalyzátoru. Vařák byl naplněn 150 l nástřiku a pak byl zastaven nátok do vařáku. Desti-

lační kolona byla provozována pod totálním refluxem tak dlouho, až se přestala vydělovat vodná fáze v dekantéru. Pak bylo započato s dávkováním směsného nástřiku do vařáku. Po ustálení provozu kolony - asi za čtyři hodiny - byly změřeny průtoky a odebrány vzorky vodné a organické fáze. Výsledky analýz jsou uvedeny v následující tabulce č. I.

Tabulka č. I.

Složení proudů destilační kolony při kontinuální esterifikaci

proud	voda % hm	AcOH % hm	iBuOH % hm	iBuAc % hm
nástřik	5,5	11,5	48,3	34,7
org. fáze	3,8	<0,1	22,7	73,5
vodná fáze	95,3	<0,1	4,2	0,5
vařák	1,0	0,6	32,3	66,1

Nástřik do destilační kolony činil 50 l/h, to je 43,9 kg/h.

Zpětný tok organické fáze byl 52 l/h, to je 43,2 kg/h.

Zpětný tok vodné fáze byl 5,5 l/h.

Tok odtahované organické fáze jako destilátu byl 20 l/h to je 16,5 kg/h.

Příklad 2.

Reakční směs obsahovala 2 hmotnostní díly kyseliny octové a 3 hmotnostní díly izobutanolu. Katalyzátorem byla opět kyselina sírová a její množství se neměnilo a postup byl veden tak, že se destilační kolona vyhřála a začala provozovat pod totálním refluxem. Po ustálení fázového rozhraní v dekantéru bylo započato s dávkováním reakční směsi do vařáku a postupně byl upravován odběr vodné a organické fáze. Provoz se ustálil za tři hodiny a pak byla destilační kolona provozována další tři hodiny v ustáleném stavu. Byly odebrány vzorky k analýzám a změřeny průtoky. Výsledky měření jsou shrnuty v následující tabulce č. II.

Tabulka č. II.

Složení proudů destilační kolony při kontinuální esterifikaci

proud	voda % hm	AcOH % hm	iBuOH % hm	iBuAc % hm
nástřik	5,3	17,3	34,8	42,6
org. fáze	2,8	<0,1	19,4	77,8
vodná fáze	95,4	<0,1	4,1	0,5
vařák	1,3	3,8	13,0	81,9

Nástřik do kolony byl 50 l/h to je 44,1 kg/h.

Zpětný tok organické fáze činil 42 l/h, to je 35 kg/h.

Zpětný tok vodné fáze byl 7 l/h.

Tok odtahované organické fáze jako destilátu byl 33 l/h, to je 27,4 kg/h.

Kromě kyseliny sírové může být katalyzátor vybrán ze skupiny, obsahující kyselinu sulfonylovou, solnou nebo silně bázičtý iontoměnič.

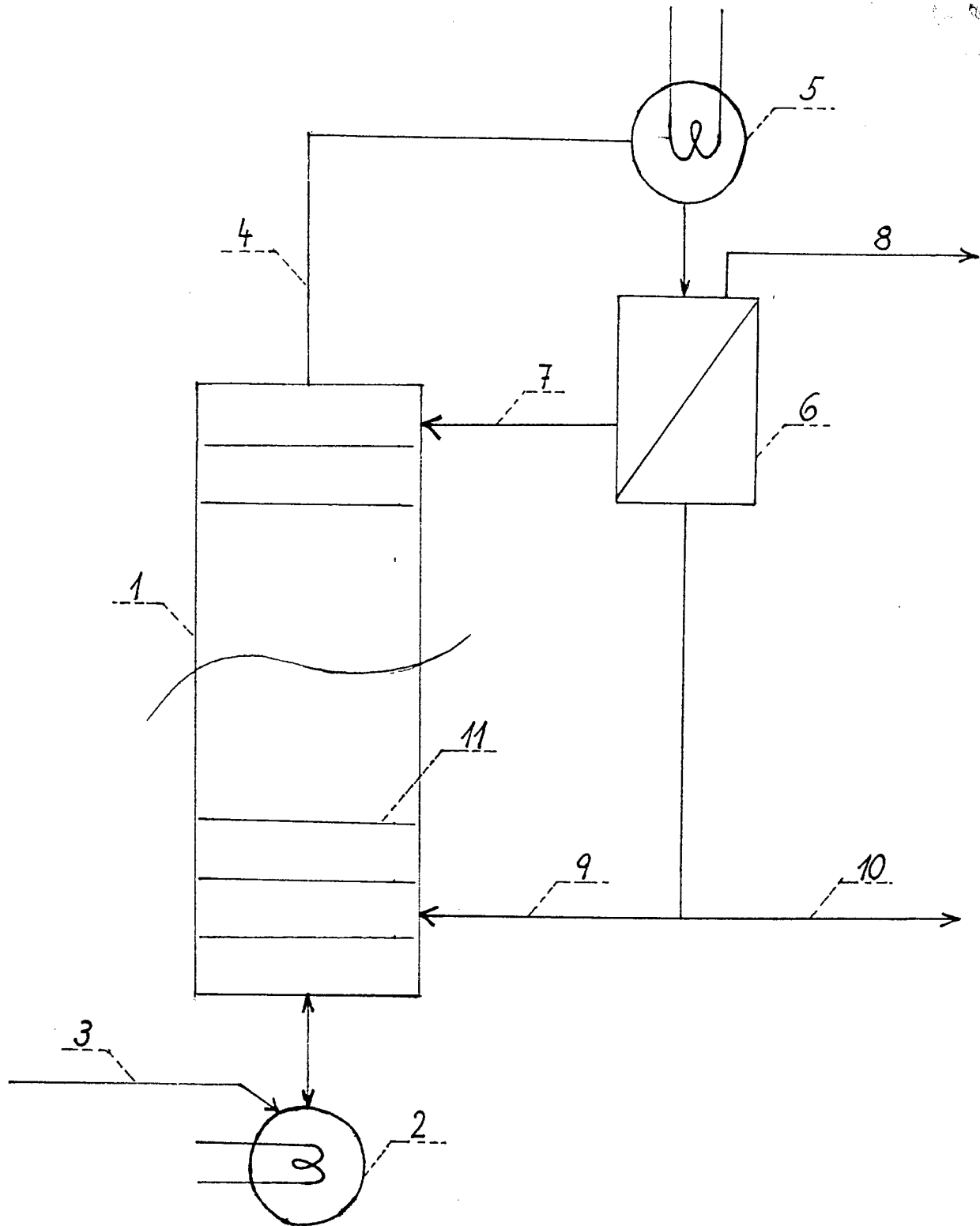
Průmyslová využitelnost

Způsob a zařízení lze využít při přípravě izobutylacetátu reakcí kyseliny octové s izobutanolem s navazující destilací.

P A T E N T O V É N Á R O K Y

1. Způsob přípravy izobutylacetátu reakcí izobutanolu s kyselinou octovou v přítomnosti katalyzátoru, tvořeného anorganickou kyselinou nebo bázičtým iontoměničem, s navazující destilací a separací, v y z n a č e n ý t í m, že část vodné fáze destilátu se kontinuálně vrací do destilačního procesu nad nástřik v poměru 1 díl ne 2 až 4 díly nevratné vodné fáze a reflux je tvořen organickou fází.
2. Způsob podle nároku 1, v y z n a č e n ý t í m, že hmotnostní poměr kyseliny octové k izobutanolu v reakční směsi je 1:1 až 1:3.
3. Zařízení k přípravě izobutylacetátu způsobem podle nároku 1, obsahující reaktor a vařák, jehož výstup je napojen na destilační kolonu s dekantérem s výstupem pro organickou fází a výstupem pro vodnou fází, v y z n a č e n é t í m, že dekantér /6/ má dva výstupy vodné fáze, z nichž jeden je větví /9/ zpětného toku napojen na nejvýše druhé teoretické patro destilační kolony /1/ nad vařákem /2/, a na minimálně druhé teoretické patro pod hlavou destilační kolony /1/, a druhý je nevratnou větví /10/ napojen na separátor vodné fáze, a organická fáze má dva výstupy, z nichž jeden je refluxovou větví /7/ napojen na hlavu destilační kolony /1/.

1 výkres



Obv. 1

Konec dokumentu