



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

(61)

(23) Výstavní priorita
(22) Přihlášeno 19 04 79
(21) PV 2685-79

(51) Int. Cl. C 07 C 87/12

(40) Zveřejněno 31 01 80

(45) Vydáno 01 02 83

(75)

Autor vynálezu PAŠEK JOSEF doc, ing. CSc., PRAHA
LUBOJACKÝ JAROMÍR ing., JISTEBNÍK a
BANCÍŘ KAREL ing., VRATIMOV

(54) Způsob výroby izopropylaminu hydrogenační aminací acetonu

1

Vynález se týká způsobu výroby izopropylaminu hydrogenační aminací acetonu v plynné fázi na niklových katalyzátorech za tlaku 0,3 až 0,8 MPa a molárním poměru aceton : amoniak : vodík v rozmezí 1 : 2,5 : 2,5 až 1 : 6 : 6. Izopropylamin se používá k výrobě selektivních herbicidů a speciálních tenzidů.

Izopropylamin se připravuje podle čs. patentu č. 131353 hydrogenační aminací acetonu na niklovém katalyzátoru při teplotě chladicí lázně reaktoru 100 až 150 °C, tlaku 0,3 až 0,8 MPa, molárním poměru aceton : amoniak : vodík = 1 : 4 : 4 až 1 : 5 : 5 a nástřiku 200 až 350 g acetonu na 1 litr katalyzátoru za hodinu. Předmětem citovaného vynálezu je dále účelná separace izopropylaminu od amoniaku s využitím chladicího efektu amoniaku potřebného k aminaci. Při hydrogenační aminaci acetonu vznikají jako vedlejší produkty izopropylalkohol a diizopropylamin. I když obě látky vznikají vratnými reakcemi, není účelné vracet je do reaktoru spolu s acetonem, protože pracuje-li se podle čs. pat. č. 131353, je obsah sekundárního aminu v reakční směsi mnohem nižší, než odpovídá chemické rovnováze a k docílení vyrovnané bilance, tj. k úplnému potlačení vzniku vedlejších produktů se musí vracet 30 až 50 % hmot. /počítáno na nastříkovaný aceton/ směsi alkoholu a sekundárního aminu; vracená směs se izoluje rektifikací a kromě obou vedlejších produktů obsahuje vždy něco izopropylaminu, vody a acetonu. Tímto způsobem se ve srovnání s ná-

201 080

stříkem čistého acetonu snižuje výkon reaktoru. Nevýhodou tohoto způsobu zpracování vedlejších produktů na izopropylamin je dále vznik kondenzačních produktů působením aminů na aceton při smísení vratné frakce s acetonem a při odpařování této směsi. S ohledem na uvedené okolnosti se v čs. patentu č. 131353 doporučuje zpracovávat na aminačním zařízení střídavě aceton a destilační řez reakční směsi obsahující izopropylalkohol a diizopropylamin. Tento způsob zpracování vedlejších produktů je vhodný pro menší kapacity výroby izopropylaminu. Při větším objemu výroby je třeba skladovat velké množství vracené směsi vedlejších produktů a po nahromadění je zpracovat. Při skladování vznikají z acetonu působením bázičkových aminů produkty aldolové kondenzace, které poněkud zrychlují deaktivaci katalyzátoru. Další nevýhodou postupu podle čs. patentu č. 131353 jsou obtíže se separací izopropylaminu a amoniaku; při zpracování vratné frakce obsahující větší množství sekundárního aminu se s ohledem na stechiometrii potřebuje méně amoniaku, jehož množství pak nestačí ochladit cirkulující plyny postupem podle čs. patentu č. 131353. Bilance tepla vyžaduje v takovém případě dávkování nadstechiometrického množství amoniaku a tento nadbytek NH_3 se musí z cirkulujících plynů vypouštět spolu s vodíkem, což zvyšuje spotřebu obou surovin. Způsob separace amoniaku od izopropylaminu s využitím chlazení pomocí amoniaku vstupujícího do aminační reakce je popsán v příkladu 1 a je zřejmý z přiloženého obrázku.

Uvedené nedostatky odstraňuje způsob výroby izopropylaminu hydrogenační aminací acetonu na niklových katalyzátorech při tlaku 0,3 až 0,8 MPa, molárním poměru aceton : amoniak : vodík = 1 : 2,5 : 2,5 až 1 : 6 : 6 podle vynálezu, jehož podstatou je, že se směs vedlejších produktů oddělená z reakční směsi aminace rektifikací obsahující především diizopropylamin a izopropylalkohol, zpracovává paralelně s acetonem na izopropylamin působením části cirkulující směsi amoniaku s vodíkem při teplotě 140 až 180 °C na niklovém katalyzátoru a vzniklá reakční směs se mísí s reakční směsí opouštějící hlavní reaktor a společně s ní zpracuje na kapalný produkt prostý amoniaku a cirkulující plyny zbažené izopropylaminu, které se vracejí do procesu.

Paralelně s acetonem se na zvláštním reaktoru zpracovává 15 až 35 % hmot., počítáno na aceton, vracené směsi vedlejších produktů a při tomto poměru stačí stechiometrické množství kapalného amoniaku k vychlazení cirkulujících plynů a tím k vykondenzování izopropylaminu podle metody popsané v čs. patentu č. 131353. Úplně separátní zpracování vedlejších produktů včetně vlastního recyklu plynů je nevýhodné, protože stechiometrické množství amoniaku nestačí k ochlazení cirkulujících plynů.

Postup podle vynálezu je účelné kombinovat s postupem popsaným v čs. autorském osvědčení č. 185962, podle něhož se aceton nebo 2-propanol aminují ve dvou stupních, přičemž ve druhém stupni se udržuje relativně nízká teplota 90 až 130 °C, čímž se sníží obsah acetonu v reakční směsi na hodnotu pod 0,1 % hmot. Minimální koncentrace acetonu v reakční směsi je totiž určena chemickou rovnováhou a roste se vzrůstající teplotou. Aceton se od izopropylaminu velmi těžko odděluje a proto je nízká koncentrace acetonu v reakčním produktu velmi důležitá. Je proto výhodné vést spojenou směs z obou paralelních reaktorů

/první bod předmětu vynálezu/ do druhého stupně aminace, v němž se při teplotě 90 až 130 °C sníží koncentrace acetonu /druhý bod předmětu vynálezu/.

Způsob výroby izopropylaminu podle vynálezu je nejlépe vysvětlen na popisu následujících příkladů jeho provedení. K vysvětlení příkladů se užívá obrázku znázorněného na připojeném výkrese.

Příklad 1

Do trubkového reaktoru 1 naplněného 500 l katalyzátorem nikl na alumině a chlazeného vroucí vodou s teplotou 110 °C se nastříkuje 150 kg acetonu za hodinu. Aceton se odpařuje v proudu vodíku a před reaktorem se mísí s recirkulovanou směsí vodíku a amoniaku, který obsahuje malé množství metánu tak, aby se dosáhl molární poměr aceton : amoniak : vodík = 1 : 5 : 4. Část cirkulujících plynů o složení 60 % obj. NH_3 , 38 % obj. H_2 a 2 % obj. CH_4 se vede do odpařovače vratné frakce 2 v takovém množství, aby se docílil molární poměr izopropylderiváty : amoniak : vodík = 1 : 5 : 3. Vratná frakce, tj. směs vedlejších produktů, obsahuje 40 % hmot. izopropylalkoholu, 40 % hmot. diizopropylaminu, 10 % hmot. vody, 9,5 % hmot. izopropylaminu a 0,5 % hmot. acetonu. Plynná směs z odpařovače vratné frakce se vede do paralelního trubkového reaktoru 3, v němž se udržuje teplota chladicí lázně 150 °C. Pro nástřik vratné frakce 40 kg/h je paralelní reaktor naplněn 250 l katalyzátorem nikl na alumině. Na vstupu do obou reaktorů se udržuje tlak 0,45 MPa. Plynná reakční směs z obou reaktorů se spojí, vede do výměníku 4, kde přehřívá cirkulující plyny a dále se chladí ve vodním chladiči 5. Kondenzát z chladiče 5 stéká do odčpavkovací kolony 6, z níž odtéká kapalná směs prostá NH_3 k dalšímu zpracování rektifikací. Páry z hlavy kolony 6 se vedou do vodního chladiče 5, směs plynů předchlazených v chladiči 5 se dále chladí ve výměníku 7 a vede se do spodní části chladicí kolony 8. Na hlavu kolony 8 se nastříkuje kapalná amoniak potřebný k aminaci, který z plynů vypírá obsažený izopropylamin a svým výparným teplem ochladí plyny na teplotu -15 °C. Ochlazená směs amoniaku a vodíku prosta izopropylaminu se vrací do aminace přes výměník 7, cirkulační kompresor 9 a výměník 4.

Kapalná reakční směs má složení 8 % hmot. izopropylalkoholu, 8 % hmot. diizopropylaminu, 0,15 % hmot. acetonu, 83,5 % hmot. izopropylaminu, vše počítáno na bezvodou směs. Rektifikací se získá čistý izopropylamin a vratná směs výše uvedeného složení, destilační zbytek je voda znečištěná malým množstvím organických látek.

Příklad 2

Do trubkového reaktoru jako v příkladu 1 se při teplotě chladicí lázně 140 °C nastříkuje 200 kg acetonu za hodinu, do paralelního reaktoru se při teplotě 170 °C nastříkuje 70 kg vratné směsi o složení 31 % hmot. izopropylalkoholu, 47 % hmot. diizopropylaminu, 10 % hmot. vody a 12 % hmot. izopropylaminu. Přehřátý cirkulující plyn o složení jako v příkladu 1 se dělí do obou reaktorů v poměru hmotnostních nástřiků aceton : vratná směs. Tlak na vstupu do reaktorů je 0,5 MPa.

201 080

Reakční směs z obou reaktorů se ochladí na 100 °C přidáním části nepřehřátého cirkulujícího plynu a s touto teplotou se vede do adiabatického reaktoru naplněného 400 l katalyzátoru nikl na alumině. Reakční směs z adiabatického reaktoru se zpracuje stejným způsobem jako v příkladu 1. Získaná kapalná reakční směs obsahuje 8 % hmot. izopropylalkoholu, 12 % hmot. diizopropylaminu, 0,03 % hmot. acetonu, zbytek je izopropylamin, počítáno na bezvodou směs.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

1. Způsob výroby izopropylaminu hydrogenací aminací acetonu v plynné fázi na niklovém katalyzátoru za tlaku 0,3 až 0,8 MPa a molárním poměru aceton : amoniak : vodík = 1 : 2,5 : 2,5 až 1 : 6 : 6 , vyznačený tím, že se směs vedlejších produktů, izolovaná z reakční směsi aminace rektifikací, obsahující hlavně izopropylalkohol a diizopropylamin, zpracovává paralelně s acetonem na izopropylamin působením části cirkulující směsi amoniaku a vodíku při teplotě 140 až 180 °C na niklovém katalyzátoru a vzniklá reakční směs se mísí s reakční směsí aminace acetonu a společně s ní zpracovává na kapalný produkt prostý amoniaku a cirkulující plyny zbavené izopropylaminu, které se vracejí do procesu.
2. Způsob výroby izopropylaminu podle bodu 1, vyznačený tím, že reakční směs z hlavního reaktoru a reakční směs z reaktoru na zpracování vedlejších produktů se vedou společně do druhého reakčního stupně, v němž se udržuje teplota 90 až 130 °C.

1 výkres

