



MINISTERO DELLO SVILUPPO ECONOMICO
DIREZIONE GENERALE PER LA TUTELA DELLA PROPRIETÀ INDUSTRIALE
UFFICIO ITALIANO BREVETTI E MARCHI

UIBM

DOMANDA NUMERO	101995900469435
Data Deposito	06/10/1995
Data Pubblicazione	06/04/1997

Sezione	Classe	Sottoclasse	Gruppo	Sottogruppo
C	07	C		

Titolo

PROCEDIMENTO PER LA PURIFICAZIONE DELL'ACETONE
--

ENICHEM S.p.A.

* * * * *

DESCRIZIONE

- 6 OTT. 1955

La presente invenzione si riferisce ad un procedimento per la purificazione dell'acetone contenuto in una corrente di acetone grezzo proveniente dai processi di produzione fenolo-acetone.

Negli attuali impianti di produzione di fenolo-acetone una corrente di cumene viene sottoposta ad ossidazione con aria in ambiente debolmente alcalino. Il cumilidroperossido così ottenuto viene successivamente idrolizzato, in presenza di acido solforico, per dare una miscela di fenolo ed acetone dalla quale, per rettifica, si separa una corrente di acetone grezzo. La purificazione dell'acetone viene condotta secondo l'assetto illustrato in figura 1.

In pratica, la corrente di acetone grezzo, impuro principalmente per cumene, acqua, aldeidi e metanolo, proveniente dalla testa del frazionatore primario viene distillata su una linea di una o piu' colonne in serie, per un totale di 70 piatti, esercite a pressioni comprese tra 350 e 500 tors e rapporti di riflusso tra 3,5 e 4,5.

L'acetone grezzo (1) viene alimentato al primo

piatto della colonna A" o al decimo nel caso si operi con una sola colonna da 70 piatti. Dalla testa di A" si recupera il prodotto a specifica contenente una quantità d'acqua intorno allo 0,2 % e circa 300 ppm di metanolo (2). Al 26° piatto della stessa colonna viene alimentata una soluzione al 14% di sodio idrossido (3) che ha la funzione di neutralizzare l'acidità e di indurre la condensazione delle impurezze aldeidiche presenti nel grezzo. La presenza di acqua in alimentazione, in quantità non inferiore al 15%, è, inoltre, necessaria per prevenire lo sporcamento delle colonne dovuto alla formazione di sali sodici. Il cumene (4) tende ad accumularsi sul fondo della colonna A" da dove viene eliminato insieme a quantità non indifferenti di acetone. Il fondo della colonna A'' (5) contenente acqua, polialdeidi, metanolo e acetone viene alimentato alla colonna A'. Dal fondo della colonna A' vengono eliminate le polialdeidi, formatesi per effetto del sodio idrossido, insieme al grosso dell'acqua (6), mentre la corrente di testa (7), contenente l'acetone, viene rialimentata alla colonna A''.

Per il corretto funzionamento di questa colonna è, comunque, necessario minimizzare la quantità

di cumene in alimentazione, cosa a cui si provvede mantenendo un elevato rapporto di riflusso nel frazionatore primario (separazione acetone grezzo da fenolo grezzo).

Nella corrente di acetone grezzo (1) l'acqua rappresenta l'impurezza critica in quanto, formando un azeotropo con l'acetone (acetone 95,6%, p.eb. 54,5°C), non può essere rimossa per distillazione frazionata. Il problema viene risolto, nei procedimenti commerciali di purificazione dell'acetone, conducendo la distillazione a pressione ridotta. E' così possibile far variare la composizione dell'azeotropo riducendo il tenore di acqua fino ad un livello accettabile.

Questo modo di operare causa, tuttavia, degli inconvenienti come, ad esempio, l'elevato consumo di energia dovuto all'attività delle pompe e alla necessità di operare con elevati rapporti di riflusso.

E' stato ora trovato un procedimento di purificazione che consente di ottenere acetone di qualità notevolmente migliore rispetto a quello ottenuto mediante i procedimenti finora utilizzati e di realizzare, nel contempo, sensibili risparmi energetici.

In particolare il procedimento della presente invenzione si basa sulla utilizzazione di una distillazione estrattiva con trietilenglicole (TEG), a pressione atmosferica, come alternativa alle distillazioni a pressione ridotta, per rompere l'azeotropo acqua/acetone.

In accordo con cio', forma oggetto della presente invenzione un procedimento per la purificazione dell'acetone grezzo derivante dai processi di produzione fenolo acetone ed impuro principalmente per cumene, acqua, aldeidi e metanolo che comprende:

- alimentare la corrente di acetone grezzo proveniente dal frazionamento primario di un impianto di produzione fenolo/acetone ad una prima colonna di distillazione alla quale viene anche alimentata una soluzione di sodio idrossido al 2% ;
- inviare la corrente di testa della prima colonna, costituita da acetone, acqua e cumene ad una seconda colonna alla quale viene anche alimentato il solvente estrattivo trietilenglicole ;
- recuperare dalla testa della seconda colonna l'acetone praticamente anidro;
- alimentare il fondo della seconda colonna, contenente trietilenglicole, acqua, cumene ed acetone ad

una terza colonna di distillazione in cui dalla testa si recupera un azeotropo acqua/cumene e, dal fondo, trietilenglicole anidro;

-inviare l'azeotropo acqua/cumene ad un decantatore in cui si separa una fase acquosa, contenente acetone, che viene riciclata alla prima colonna ed una fase organica, contenente cumene ed acetone, che viene inviata al frazionamento primario.

Il procedimento dell'invenzione oltre a permettere la produzione di un acetone di qualita' leader (contenuto d'acqua < 300 ppm e di metanolo < 100 ppm) senza apprezzabili aggravii dei costi di produzione, offre i seguenti vantaggi rispetto ai procedimenti attualmente in uso:

- possibilita' di operare a pressione atmosferica, evitando, cosi', l'impiego di pompe da vuoto con conseguenti risparmi energetici, riduzioni delle emissioni e possibilita' di aumentare la capacita'.
- risparmi energetici derivanti dalla riduzione dei rapporti di riflusso in fase di purificazione con ulteriori possibilita' di aumenti di capacita';
- risparmi energetici derivanti dalla riduzione del rapporto di riflusso nel frazionamento primario.

Nel procedimento proposto, infatti, un ruolo chiave e' giocato dalla formazione dell'azeotropo

acqua/cumene che viene agevolmente separato in testa alla terza colonna.

La presenza di una certa quantita' di cumene nell'acetone grezzo e' pertanto tollerabile e cio' consente di diminuire la severita' del frazionamento primario abbassandone i rapporti di riflusso.

L'assetto necessario per realizzare la purificazione dell'invenzione e' rappresentato nella figura 2 dei cui aspetti essenziali diamo, di seguito, una sommaria descrizione.

La corrente di acetone grezzo (1) proveniente dal frazionamento primario viene alimentata al 3°-10° piatto (piatti teorici, contando dal basso), preferenzialmente al 6°, di una colonna (A') costituita da un numero di piatti totali compreso tra 16-26, preferenzialmente 20. La colonna opera a pressione atmosferica, con un rapporto di riflusso compreso tra 0.2 e 0,5, preferenzialmente 0,3 ed una temperatura di fondo variabile tra 102 e 110°C in funzione della sua perdita di carico. Al 13°-23° piatto, preferenzialmente al 19°, della stessa colonna viene alimentata una quantita' compresa tra il 12% e il 17% dell'acetone grezzo, preferenzialmente 15%, di soluzione di sodio idrossido al 2% (2). Dal fondo di questa colonna vengono eliminate

le aldeidi (in forma di polialdeidi), gran parte dell'acqua alimentata con la soda e parte del metanolo (3). L'abbattimento del metanolo puo' essere migliorato con una maggiore quantita' d'acqua che, alimentata come soluzione di sodio idrossido, in controcorrente al grezzo, ha l'effetto di trattene- re sul fondo colonna una grossa parte di questa impurezza.

La corrente (4) proveniente dalla testa della colonna A' viene quindi alimentata al 3°- 10° piat- to, preferenzialmente al 6°, della colonna A'', che e' costituita da un numero di piatti totali compres- so tra 23-36, preferenzialmente 32 ed opera a pres- sione atmosferica, con un rapporto di riflusso compreso tra 0,4 e 1,5, preferenzialmente 1 e tem- peratura di fondo autogena, tipicamente 120°C, de- terminata dalla temperatura di fondo della colonna A'''.

In questa colonna l'alimentazione viene contat- tata, al 25°÷40° piatto, con il solvente estrattivo trietilenglicole, in quantita' pari a 0,6÷1 volte il grezzo alimentato alla colonna A', per effetto del quale l'azeotropo acqua acetone viene rotto e l'acqua trattenuta sul fondo colonna. Dalla testa (5) viene recuperato un acetone praticamente anidro

(contenuto di acqua < 300ppm). Il fondo della colonna A'', contenente TEG, acqua, cumene ed una quantita' di acetone tipicamente intorno al 3%, viene alimentato al 6°-19° piatto, preferenzialmente al 13°, della colonna A''' per il recupero del solvente estrattivo.

In questa colonna, che puo' essere costituita da un n° di piatti compreso tra 9-20, preferenzialmente 15, ed opera a pressione atmosferica, ad un rapporto di riflusso compreso tra 0,1 e 0,7, preferenzialmente 0,2, rispetto al grezzo alimentato alla colonna A', viene sfruttata la formazione dell'azeotropo acqua/cumene (p.eb. 95°C, Cumene 56 %) per la disidratazione del TEG.

L' azeotropo, recuperato di testa (7), viene raccolto in un decantatore (B) dove si separa nelle due fasi. La fase acquosa, contenente fino al 33% di acetone, viene riciclata alla colonna A' (8). La fase organica, contenente fino al 33% Cumene e fino al 21% di acetone (9), viene riciclata al frazionamento primario.

Dal fondo della colonna A''' si recupera il TEG anidro (10) che viene riciclato alla colonna A'.

ESEMPIO 1

La prova viene condotta in una apparecchiatura

"bench scale" come quella riportata nella figura 3, formata da una linea di tre colonne in serie e un separatore di fase S1.

La colonna T1 e' costituita da 30 piatti, la T2 da 45 piatti e la T3 da 15 piatti. I piatti sono forati, in vetro, da 50 mm di diametro, forniti dalla ditta NORMSCHLIFT, efficienza: 65% a riflusso totale.

La corrente di acetone grezzo (1) proveniente dal frazionamento primario viene alimentata al 12° piatto della colonna T1. Al 30° piatto della stessa colonna viene alimentata la soluzione di sodio idrossido al 2% (2). Dal fondo di questa colonna vengono eliminate le aldeidi (in forma di polialdeidi), gran parte dell'acqua alimentata con la soda e parte del metanolo (3).

La corrente (4) proveniente dalla testa della colonna T1 viene quindi alimentata al 8° piatto della colonna T2. Al 25° piatto di questa colonna viene anche alimentato il trietilenglicole di riciclo (10). Dalla testa di T2 viene recuperato un acetone praticamente anidro (5) mentre dal fondo una corrente contenente TEG, acqua, cumene e acetone (6). Questa corrente viene alimentata al 10° piatto della colonna T3 per il recupero del

solvente estrattivo.

In questa colonna, l' azeotropo, recuperato di testa (7), viene raccolto in un decantatore S1 dove si separano due fasi: una fase acquosa, contenente acetone (8), che viene riciclata alla colonna T1; una fase organica, contenente cumene ed acetone(9). Dal fondo della colonna T3 si recupera il TEG anidro (10) che viene riciclato alla colonna T2.

Parametri operativi.

Alimentazione colonna T1

-stream di acetone grezzo	3042 cc/h
(H ₂ O 2,5 %;cumene 150 ppm;metanolo 210 ppm)	
-fase acquosa da S1	104 cc/h
-make up H ₂ O	-
-NaOH (2%)	458 cc/h

Parametri di marcia:

Temperature

Fondo T1	104°C	Riflusso T1	586 cc/h
Testa T1	62°C	Riflusso T2	3000 cc/h
Fondo T2	112°C	Riflusso T3	480 cc/h
Fondo T3	183°C	Riciclo TEG	1430 cc/h
Testa T3	106°C	Pressione	1 atm

Analisi significative

Acetone fondo T1	60 ppm
Acetone fondo T2	2,3 %

Acetone fase organica S1 10,7 %

Acetone fase acquosa S1 18,5 %

H₂O fondo T2 9,9 %

Cumene fondo T2 11,1 %

Cumene fondo T3 12,7 %

Caratteristiche prodotto finale

Contenuto H₂O 800 ppm

Contenuto metanolo 150 ppm

Test permanganato ASTM D1363 12 h

ESEMPIO 2

Il procedimento e' condotto come descritto nell'esempio 1, con i seguenti parametri operativi:

Alimentazione colonna T1

-stream di acetone grezzo 3028 cc/h

(H₂O 2,5 %;cumene 150 ppm;metanolo 210 ppm)

-fase acquosa da S1 133 cc/h

-make up H₂O 736 cc/h

-NaOH (2%) 467 cc/h

Parametri di marcia:

Temperature

Fondo T1 105°C Riflusso T1 1123 cc/h

Testa T1 60°C Riflusso T2 3001 cc/h

Fondo T2 120°C Riflusso T3 520 cc/h

Fondo T3 182°C Riciclo TEG 1430 cc/h

Testa T3 110°C Pressione 1 atm



Analisi significative

Acetone fondo T1	451 ppm
Acetone fondo T2	1,6 %
Acetone fase organica S1	12,0 %
Acetone fase acquosa S1	21,9 %
H ₂ O fondo T2	5,9 %
Cumene fondo T2	10,8 %
Cumene fondo T3	11,7

Caratteristiche prodotto finale

Contenuto H ₂ O	600 ppm
Contenuto metanolo	60 ppm
Test permanganato	20 h

(ASTM D1363)

ESEMPIO 3

Il procedimento e' condotto come descritto nell'esempio 1, con i seguenti parametri operativi:

Alimentazione colonna T1

-stream di acetone grezzo	3033 cc/h
(H ₂ O 2,5 %;cumene 150 ppm;metanolo 210 ppm)	
-fase acquosa da S1	130 cc/h
-make up H ₂ O	745 cc/h
-NaOH (2%)	467 cc/h

Parametri di marcia:

Temperature

Fondo T1	105°C	Riflusso T1	1115cc/h
----------	-------	-------------	----------

111

Testa T1	60°C	Riflusso T2	3000 cc/h
Fondo T2	122°C	Riflusso T3	510 cc/h
Fondo T3	184°C	Riciclo TEG	1760 cc/h
Testa T3	110°C	Pressione	1 atm

Analisi significative

Acetone fondo T1	400 ppm
Acetone fondo T2	1,3 %
Acetone fase organica S1	13,7 %
Acetone fase acquosa S1	21,6 %
H ₂ O fondo T2	4,9 %
Cumene fondo T2	11,0 %
Cumene fondo T3	11,8 %

Caratteristiche prodotto finale

Contenuto H ₂ O	307 ppm
Contenuto metanolo	57 ppm
Test permanganato	15 h

(ASTM D1363)

ESEMPIO 4

Il procedimento e' condotto come descritto nell'esempio 1, con i seguenti parametri operativi:

Alimentazione colonna T1

-stream di acetone grezzo	3045 cc/h
(H ₂ O 2,5 %; cumene 150 ppm; metanolo 210 ppm)	
-fase acquosa da S1	137 cc/h
-make up H ₂ O	730 cc/h

-NaOH (2%)

467 cc/h

Parametri di marcia:

Temperature

Fondo T1	105°C	Riflusso T1	1117cc/h
Testa T1	61°C	Riflusso T2	4000 cc/h
Fondo T2	123°C	Riflusso T3	518 cc/h
Fondo T3	183°C	Riciclo TEG	1760 cc/h
Testa T3	111°C	Pressione	1 atm

Analisi significative

Acetone fondo T1	432 ppm
Acetone fondo T2	1,1 %
Acetone fase organica S1	12,2 %
Acetone fase acquosa S1	19,3 %
H ₂ O fondo T2	5,0 %
Cumene fondo T2	11,0 %
Cumene fondo T3	11,6 %

Caratteristiche prodotto finale

Contenuto H ₂ O	230 ppm
Contenuto metanolo	61 ppm
Test permanganato	13 h

(ASTM D1363)

ESEMPIO 5

Il procedimento e' condotto come descritto nell'esempio 1, con i seguenti parametri operativi:

Alimentazione colonna T1

-stream di acetone grezzo 3030 cc/h

(H₂O 2,5 %; cumene 150 ppm; metanolo 210 ppm)

-fase acquosa da S1 133 cc/h

-make up H₂O 741 cc/h

-NaOH (2%) 467 cc/h

Parametri di marcia:

Temperature

Fondo T1	104°C	Riflusso T1	1160 cc/h
Testa T1	60°C	Riflusso T2	3010 cc/h
Fondo T2	120°C	Riflusso T3	520 cc/h
Fondo T3	183°C	Riciclo TEG	1760 cc/h
Testa T3	113°C	Pressione	1 atm

Analisi significative

Acetone fondo T1	360 ppm
Acetone fondo T2	1,2 %
Acetone fase organica S1	15,0 %
Acetone fase acquosa S1	22,0 %
H ₂ O fondo T2	5,1 %
Cumene fondo T2	12,8 %
Cumene fondo T3	12,7 %

Caratteristiche prodotto finale

Contenuto H ₂ O	309 ppm
Contenuto metanolo	63 ppm
Test permanganato	12 h

(ASTM D1363)

ESEMPIO 6

Il procedimento e' condotto come descritto nel'esempio 1, con i seguenti parametri operativi:

Alimentazione colonna T1

-stream di acetone grezzo	3031 cc/h
(H ₂ O 2,5 %;cumene 150 ppm;metanolo 210 ppm)	
-fase acquosa da S1	132 cc/h
-make up H ₂ O	735 cc/h
-NaOH (2%)	467 cc/h

Parametri di marcia:

Temperature

Fondo T1	105°C	Riflusso T1	1160 cc/h
Testa T1	60°C	Riflusso T2	4000 cc/h
Fondo T2	123°C	Riflusso T3	529 cc/h
Fondo T3	184°C	Riciclo TEG	1760 cc/h
Testa T3	113°C	Pressione	1 atm

Analisi significative

Acetone fondo T1	250 ppm
Acetone fondo T2	1,0 %
Acetone fase organica S1	11,0 %
Acetone fase acquosa S1	16,8 %
H ₂ O fondo T2	5,1 %
Cumene fondo T2	12,6 %
Cumene fondo T3	12,9 %

Caratteristiche prodotto finale



Contenuto H ₂ O	250 ppm
Contenuto metanolo	49 ppm
Test permanganato	13 h

(ASTM D1363)

Gli esempi 1-6 sono stati condotti anche con alimentazione costituita da streams di acetone grezzo, provenienti da impianto industriale, aventi le seguenti caratteristiche:

contenuto H ₂ O	4,0 %;
" cumene	8400 ppm;
" metanolo	190 ppm

I risultati ottenuti sono analoghi a quelli già riportati.

Da questi streams, tramite metodi di purificazione come quelli in uso negli attuali impianti commerciali, e' possibile ricavare un prodotto a specifica avente le seguenti caratteristiche tipiche:

Contenuto H ₂ O	0,15 - 0,2 %
" metanolo	200 - 250 ppm
Test permanganato	> 3 h

(ASTM D1 363)

RIVENDICAZIONI

1 Procedimento per la purificazione dell'acetone grezzo derivante dai processi di produzione fenolo acetone ed impuro principalmente per cumene, acqua, aldeidi e metanolo che comprende:

- alimentare la corrente di acetone grezzo proveniente dal frazionamento primario di un impianto di produzione fenolo/acetone ad una prima colonna di distillazione alla quale viene anche alimentata una soluzione di sodio idrossido al 2% ;
- inviare la corrente di testa della prima colonna, costituita da acetone, acqua e cumene ad una seconda colonna alla quale viene anche alimentato il solvente estrattivo trietilenglicole ;
- recuperare dalla testa della seconda colonna l'acetone praticamente anidro;
- alimentare il fondo della seconda colonna, contenente trietilenglicole, acqua, cumene ed acetone ad una terza colonna di distillazione in cui dalla testa si recupera un azeotropo acqua/cumene e, dal fondo, trietilenglicole anidro;
- inviare l'azeotropo acqua/cumene ad un



decantatore in cui si separa una fase acquosa, contenente acetone, che viene riciclata alla prima colonna ed una fase organica, contenente cumene e acetone, che viene inviata al frazionamento primario.

- 2 Procedimento secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che la prima colonna opera a pressione atmosferica, con un rapporto di riflusso compreso tra 0.2 e 0,5, preferenzialmente 0,3 ed ad una temperatura di fondo variabile tra 102 e 110°C .
- 3 Procedimento secondo la rivendicazione 1 o 2 caratterizzato dal fatto che alla prima colonna viene alimentata una quantità compresa tra il 12 % e il 17% dell'acetone grezzo, preferenzialmente 15%, di soluzione di sodio idrossido al 2%.
- 4 Procedimento secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che la seconda colonna opera a pressione atmosferica, con un rapporto di riflusso compreso tra 0,5 e 1,5, preferenzialmente 1 e ad una temperatura di fondo autogena, tipicamente 120°C.
- 5 Procedimento secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che dalla testa della

seconda colonna viene recuperato un acetone con contenuto d' acqua < 300ppm e, dal fondo, una corrente contenente trietilenglicole, acqua, cumene ed una quantita' di acetone tipicamente intorno al 3%.

- 6 Procedimento secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che nella seconda colonna l'alimentazione viene contattata con trietilenglicole, in quantita' pari a 0,6+1 volte il grezzo alimentato alla prima colonna.
- 7 Procedimento secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che la terza colonna opera a pressione atmosferica, ad un rapporto di ri-flusso compreso tra 0,1 e 0,7, preferenzialmente 0,2, rispetto al grezzo alimentato alla prima colonna.
- 8 Procedimento secondo la rivendicazione 1 caratterizzato dal fatto che l'azeotropo acqua/cumene, raccolto nel decantatore, si separa in una fase acquosa, contenente fino al 33% di acetone che viene riciclata alla prima colonna e in una fase organica, contenente fino al 33% Cumene e fino al 21% di acetone che viene riciclata al frazionamento primario.
- 9 Procedimento secondo la rivendicazione 1

caratterizzato dal fatto che dal fondo della
terza colonna si recupera trietilen glicole
anidro che viene riciclato alla seconda
colonna.

Milano, 06 OTT. 1995

Il Mandatario Dr. Marco GENNARI

G.F.

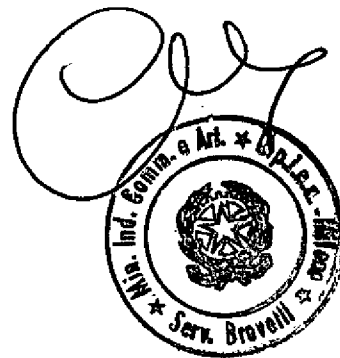
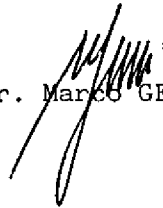
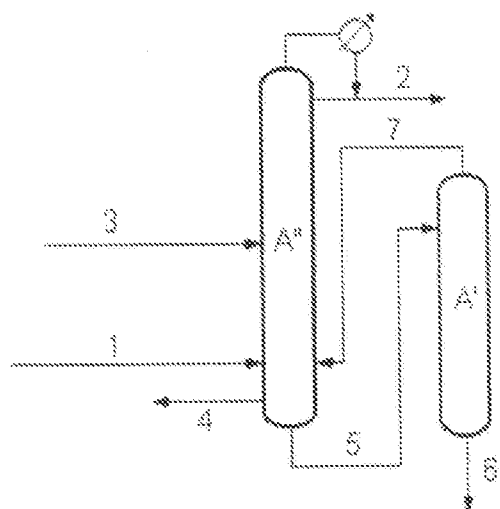



FIGURA 1



MI 95 A 2032

[Handwritten signature]

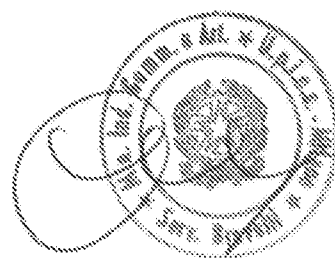
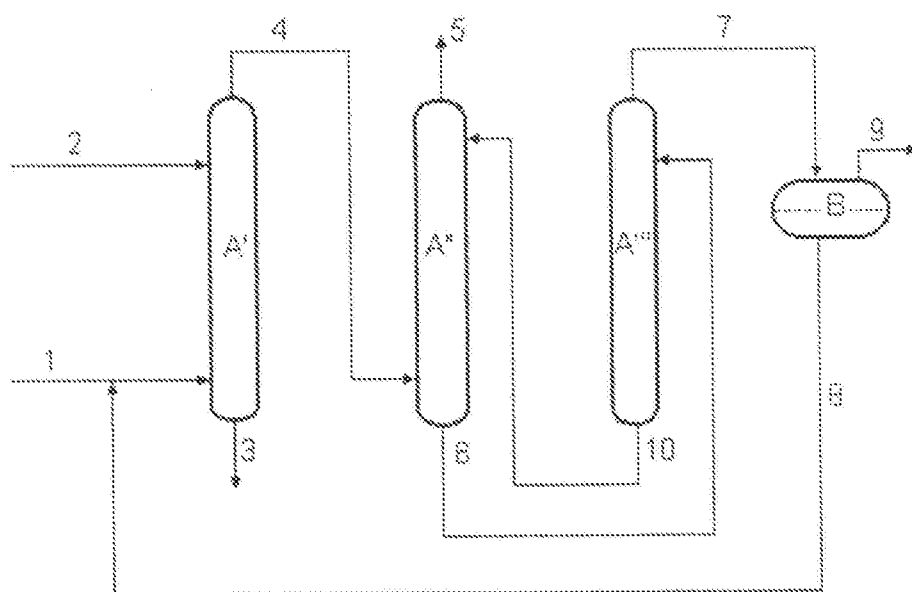


FIGURA 2



MI 95 A 2032

[Handwritten signature]

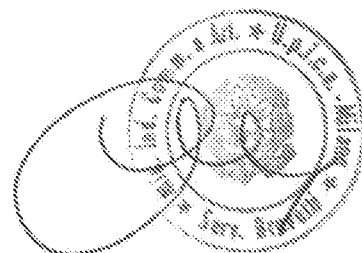
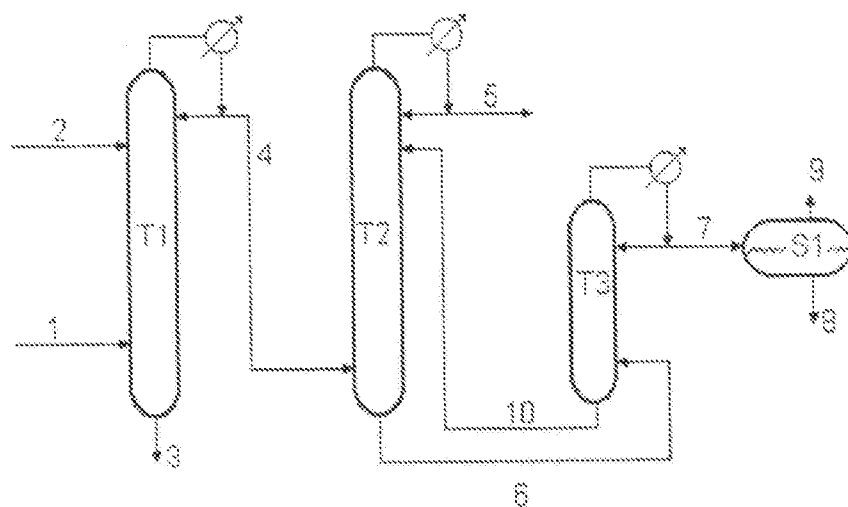


FIGURA 3



MI 95 A 2032

