



HU000229495B1

(19) **HU****MAGYARORSZÁG**
Szellemi Tulajdon Nemzeti Hivatala(11) Lajstromszám: **229 495**(13) **B1**

SZABADALMI LEÍRÁS

(21) A bejelentés ügyszáma: **P 03 01074**(22) A bejelentés napja: **2000. 12. 08.**(40) A közzététel napja: **2003. 08. 28.**(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlöny és Védjegyértesítőben: **2014. 01. 28.**(51) Int. Cl.: **C07C 29/70** (2006.01)(86) A nemzetközi (PCT) bejelentési szám:
PCT/EP 00/12440(87) A nemzetközi közzétételi szám:
WO 0142178

(30) Elsőbbségi adatok: 199 59 153.9 1999. 12. 08. DE	(73) Jogosult(ak): BASF Aktiengesellschaft, Ludwigshafen/Rhein (DE)
(72) Feltaláló(k): Friedrich, Holger, Bobenheim-Roxheim (DE) Kaibel, Gerd, Lampertheim (DE) Hoffmann, Elke, Jena (DE) Guth, Josef, Freinsheim (DE) Burkart, Kirsten, Ludwigshafen/Rhein (DE) dr. Sterzel, Hans-Josef, Dannstadt-Schauernheim (DE)	(74) Képviselő: dr. Bódizs Árpád, S.B.G. & K. Szabadalmi Ügyvivői Iroda, Budapest

(54) **Eljárás alkálifém-metoxidok előállítására**

(57) Kivonat

A találmány tárgya eljárás alkálifém-metoxidok előállítására adott esetben metanollal elegyített vizes alkálifém-hidroxid-oldatból, és metanolból egy reakcióoszlopban, amely legalább 5, előnyösen 15-30 elméleti tányérszámmal rendelkezik a vizes alkálifém-hidroxid-oldat betáplálási pontja és a metanol betáplálási pontja között, ahol a reakció során képződött gázalmazállapotú metanol-víz elegyet egy rektifikáló oszlopon frakcionálják. A találmány egyik változatában a buboréksapkás-, szelepes- vagy szitatányéros reakcióoszlop esetében a tányérokat úgy választják meg, hogy a folyadék legfeljebb 5%-a, előnyösen $\leq 1\%$ -a csepeg keresztül a megfelelő tányérokon.

A találmány szerinti eljárás egy másik változatában a duplafalú reakcióoszlop hőmérséklete a dupla falban 3-10 °C-kal melegebb, mint az oszlop belseje, a töltete pedig rendezetlen töltet vagy rendezett töltet, és a folyadékáram és a gőzáram átlagaránya nem lehet 15%-nál több, előnyösen nem több 3%-nál az oszlopkeresztmetszet minden altartományában, ami a teljes oszlopkeresztmetszet több mint 2%-ának felel meg.

P 0301074

Eljárás alkálifém-metoxidok előállítására

A találmány tárgya eljárás alkálifém-metoxidok előállítására vizes alkálifém-hidroxidból — amely lehet metanollal elegyítve — és metanolból.

Alkoxidok alkálifém-hidroxidokból és alkoholokból való előállításuk ismert.

A DE-C 968 903 számú szabadalmi irat már leírta nagy koncentrációjú alkálifém-hidroxid-oldatok folyamatos üzemmódban való reagáltatását alkohollal ellenáramban, töltött oszlopon azzal, hogy a vizes alkálifém-hidroxid-oldat a különböző helyeken adagolható be az oszlopba, hogy a lerakódott alkálifém-hidroxid által okozott elzáródást az oszlopban megakadályozzák. Az alkoxid a tölteten elhelyezkedő alkálifém-hidroxid és az oszlopon felülről lefelé áramló alkohol reakciójával képződik.

Alacsony forráspontú alkoholok (metanol) azonban csak akkor alkalmazhatók ebben az eljárásban, ha megfelelő segéd-folyadékot alkalmazunk a víz eltávolítására. Az eljárás további hátránya, hogy a szilárd alkálifém-hidroxid lerakódása a töltet felszínén az oszlop elzáródásához vezethet. A DE-C 968 903 számú szabadalmi iratban leírt eljárásban említik az alkohol eltávolítását azeotrópos desztillációval folyadékfelragadó alkalmazása mellett, de az említett eljárásban az alkohol/víz azeotróppal ki-desztillált alkoholt folyamatosan pótolni kell, ami bonyolult visszanyerési lépést igényel.

SU-A 165 691 számú szabadalmi iratban közölnek egy eljárást nátrium-metoxid előállítására, amely metanolos nátrium-hidroxid-

-oldatból indul ki, amelyet egy kevert tartályból egy folyamatosan működő töltött oszlop felső részébe adagolnak gáz-halmazállapotú metanollal ellenáramban.

Az eljárás nagy energiabefektetést igényel a megfelelő tisztaságú termék eléréséhez. További hátránya, hogy szilárd nátrium-hidroxidot alkalmaz.

EP-A 0 299 577 számú szabadalmi irat olyan eljárást közöl alkoxidok előállítására, amelyben a reakcióban keletkező vizet átpárologtatással távolítják el. Ismert, hogy az alkohol teljes víztelenítése így nem valósítható meg.

DE-C 34 13 212 és DE-C 37 01 268 számú szabadalmi iratok közölnek egy eljárást kálium-terc-butoxid előállítására desztillációs oszlopban kálium-hidroxid vizes oldatából és feleslegben alkalmazott terc-butanolból olyan folyadékfelragadó használatával, amely vízzel — ellentétben a DE-C 968903 számú szabadalmi iratban használt segéd-folyadékkal — nem képez azeotrópot.

Továbbá a RO-A 60485 számú szabadalmi irat leírja nátrium-metoxid izolálását vízmentes, technikai tisztaságú metanolból és technikai tisztaságú nátrium-hidroxidból három lépéses eljárásban egy szénhidrogén segítségével, amely eljárásban a reakcióban képződött vizet azeotrópos desztillációval távolítják el. A vízmentes szénhidrogént frakcionált desztillációval nyerik vissza, nátrium-szulfát hozzáadásával. A nátrium-metoxidot a szénhidrogénben szuszpendálva nyerik, amelyből kiszűrhető.

Ezen eljárások külön elválasztási műveleteket igényelnek, és idegen anyagokat hagynak az alkálifém-alkoxid oldatban. Ez utóbbiak a további feldolgozás során zavarhatnak.

Kísérletek során azt találtuk, hogy az elméleti tányérszám önmagában nem elégséges feltétel lényegében vízmentes alkoxid oldatokat eredményező hatékony eljáráshoz. Ezért, az alkoxidok előállítására ismert eljárások csak elégtelen minőséget eredményeznek, ahol a víztartalom az alkoxidra számítva 0,5 - 2%, még a nagy, 35-40, elméleti tányérszámú oszlopokban is. Ez a víztartalom nagyobb a kereskedelmi minőségénél, amelynek víztartalma körülbelül 0,1%.

A találmány célja olyan eljárás biztosítása alkoxid oldatok előállítására, amellyel lényegében vízmentes végtermék nyerhető indokolható energia befektetés mellett, és amelyben töltött oszlop alkalmazásakor a tölteten nem keletkeznek lerakódások.

Az találtuk, hogy ez a cél megvalósítható az alkálifém-metoxidok vizes alkálifém-hidroxidból — amely metanollal lehet keverve — és metanolból való előállítására ismert eljárással egy olyan reakcióoszlopban, amely legalább 5, előnyösen 15-30 elméleti tányérszámmal rendelkezik az alkálifém-hidroxid vizes oldatának betáplálási pontja és a metanol betáplálási pontja között, ahol a buboréksapkás, szelepes- vagy szitatányéros reakcióoszlop esetében a tányérokat úgy választjuk meg, hogy a folyadék legfeljebb 5%-a, előnyösen $\leq 1\%$ -a csepegjen keresztül a megfelelő tányérokon.

A találmány szerinti eljárás ezen megvalósítása esetén alkalmas oszlopok lényegében a buboréksapkás, szelepes- vagy szitatányéros oszlopok. Kifejezetten a szelepes- és a szitatányéros oszlopok esetében a tányérokat úgy kell kialakítani, hogy a folyadék átcsöpögése minimális legyen. Szakember számára ismertek

az ehhez szükséges szerkezeti beállítások. Főleg szorosan záró szelep típusokat választunk, és így a tányérok nyílásánál a gőz sebessége duplája az általában vett értéknek. Ezt a szelepek számának csökkentésével érjük el. A szitatányérok esetében különösen hasznos a tányéron levő nyílások átmérőjének csökkentése, és a nyílások számának szinten tartása, vagy még emelése is.

A találmány egyik változatában a reakcióoszlopot rendezetlen töltettel vagy rendezett töltettel látjuk el, azzal, hogy a rendezett töltet alkalmazása előnyösebb a rendezetlen töltettel szemben, hogy a folyadék eloszlása egyenletesebb legyen. A találmány ezen megvalósításában a folyadékáram és a gőzáram átlag aránya nem lehet 15%-nál több, előnyösen nem több 3%-nál az oszlop keresztmetszete minden tartományában, ami a teljes oszlop keresztmetszete több, mint 2%-nak felel meg.

A találmány szerint ez a kevés fenntartott folyadék mennyiség nyilvánvalóan lehetővé teszi, hogy a drótfonatban levő kapilláris hatás megakadályozza a folyadék csepegés sűrűségében lokális csúcsértékek kialakulását.

Ennek elérésére alkalmas módszerek ismertek az EP A 0 684 060 számú szabadalmi iratból. A folyadék eloszlás kívánt jellemzői rendezetlen vagy rendezett töltetű oszlopok alkalmazásakor elérhetők a folyadékcsepegés sűrűségének csökkentésével az oszlop keresztmetszetének marginális tartományában, a fal melletti részen, amely tartomány a teljes oszlop keresztmetszete 2-5%-nak felel meg, a keresztmetszet többi részéhez viszonyítva egészen 100%-al, előnyösen 5-15%-al. Ez egyszerűen megvalósítható a folyadék elosztó csepegő pontok vagy azok lyukainak célzott elosz-

tásával.

Ebben az üzemeltetési módban előnyös, ha a reakcióoszlop belső falának hőmérséklete 3-10°C-kal melegebb, mint az oszlop belseje.

A nagyon kedvezőtlen kémiai egyensúlyi helyzet következtében nyilvánvalóan teljes bizonyossággal el kell kerülni még a nagyon kis mennyiségű víztartalmú folyadék áttörését is, amely még nem került érintkezésbe elegendő nagy mennyiségű gőzzel. A víztartalmú folyadék helyi áttörésének nyilvánvalóan súlyos káros hatása van a termék minőségére a visszareagálás következtében.

Az alkálifém-metoxidok előállítására eddig ismert eljárást a találmány azon jellegzetességeivel kombinálva, amely biztosítja, hogy a folyadék szélén való átjutása, áramlás képződése vagy át-csepegése az oszlop teljes keresztmetszetén ne fordulhasson elő, meglepő és kölcsönösen megerősítő módon az alkálifém-metoxid-oldat olyan tisztaságát eredményezi, amely korábban csak az amalgamos eljárással vagy alkálifémek alkalmazásával volt elérhető.

Megállapítható, és az ipari kivitelezés szempontjából előnyös, hogy nincsenek további szerkezetbeli követelmények a gáz-áram egyenletességére nézve az oszlop keresztmetszetén. Nem hátrányos, ha a gázáram/folyadékáram arány lokálisan magasabb értéket vesz fel, mint az átlagérték. Inkább a lokálisan megnövekedett gázáramok segítik elő a vízeltávolítást.

A találmány szerinti eljárás kivitelezésekor a rendezetlen vagy rendezett töltött reakcióoszlopokban nem fordul elő elzáródás/eltömődés, és a használt metanol az eljárásba komplikált kialakítás nélkül visszaforgatható.

A találmány szerinti eljárás szakaszosan és folyamatos üzemben egyaránt megvalósítható.

A szakaszos üzemű eljárásban az alkoholt és a vizet addig a pontig párologtatjuk, amelynél a reakcióelegyben jelen van a kívánt alkoxid koncentráció.

A folyamatos üzemű eljárásban a vízes alkálifém-hidroxid-oldat folyadékáramát, amely metanollal lehet keverve, a reakcióoszlop tetején adagoljuk be. A reakcióoszlopot tiszta desztillálóoszlopként üzemeltetjük. A metanolt gőzhalmazállapotban adagoljuk az oszlop alsó részébe. A leírás szerint az alkoxid az alsó kivetevőcsövön keresztül nyerhető. Az oszlop tetején távozó víztartalmú metanoláramot a rektifikáló oszlopon dolgozzuk fel. Ezen oszlop tetején vezetjük be a szükséges friss metanolt. Részleges kondenzációt követően nagyon alacsony víztartalmú, gáz-halmazállapotú metanolt nyerünk az oszlop tetején, amit a reakcióoszlop alsó részébe vezetünk vissza.

A rendszerből a vizet a rektifikáló oszlop fenéktermékeként távolítjuk el.

A találmány szerinti eljárásban használt vízes alkálifém-hidroxid-oldatot előnyösen membrán-eljárással nyerjük. Így lehetséges teljesen higanymentes alkoxidok előállítása. Az energiafelhasználás tekintetében előnyös a legalább 30%-os koncentrációjú vízes alkálifém-hidroxid-oldat, amelyet hőcserélőkkel közel forráspont közelébe melegítünk a reakcióoszlopba való bevezetés előtt.

A metanolt olyan mennyiségben alkalmazzuk, hogy egyben a keletkezett alkálifém-metoxid oldószereként szolgáljon. Ezt a

menyiséget úgy kell megválasztani, hogy a reakcióoszlop alján az alkálifém-metoxid kívánt koncentrációja, előnyösen 30% legyen.

Az alkalmazandó metanol mennyiségének fent említett feltétele akkor teljesül, ha a bevezetett metanol tömege 10-50-szerese, előnyösen 35-40-szerese a nátrium-hidroxid-oldattal együtt bevitt víz tömegének, illetve 10-50-szerese, előnyösen 30-40-szerese a kálium-hidroxid-oldattal együtt bevitt víz tömegének.

A találmány szerinti eljárásban a reakcióoszlopot reflux nélkül üzemeltetjük.

A rektifikáló oszlopban a refluxarány legalább 0,5, előnyösen javasolt a 0,8-1,4, amennyiben a reakcióoszlop tetejéről elvett gőzt előnyösen gázhalmazállapotban tápláljuk be a rektifikáló oszlopba, és az ennek a tetején nyert, 20 - 100 ppm víztartalmú metanolt, előnyösen gázhalmazállapotban átvezetjük egy részleges kondenzátoron, és ezt követően egy gőzkompresszorral tápláljuk be a reakcióoszlop alsó végébe.

A találmány szerinti eljárás egyik változatában a rektifikáló oszlop refluxaránya legalább 0,6, előnyösen 0,8-1,4.

Ebben az esetben a reakcióoszlop tetejéről elvett gőzt egy gőzkompresszoron vezetjük át a rektifikáló oszlop előtt, és a rektifikáló oszlopból nyert 20-100 ppm víztartalmú metanolt előnyösen gázhalmazállapotban, egy részleges kondenzátoron át tápláljuk be a reakcióoszlop alsó felébe.

A reakcióoszlop méreteit az oszlop alsó tartományában csökkenthetjük, ha a metanol egy részét gázhalmazállapotban a reakcióoszlop tetején vagy felső részében vezetjük be.

A találmány szerinti ilyen működési mód mellett a metanol áramnak csak egy részét, nevezetesen 10-70%-át, előnyösen 30-50%-át, adagoljuk a reakcióoszlop alsó részén, a többi részét pedig vagy egyetlen áramban vagy több részáramra osztva vezetjük be gázhalmazállapotban a vizes alkálifém-hidroxid adagolási pontjától 1-3 elméleti tányérral lejjebb.

A reakcióoszlop méreteit az oszlop alsó részében csökkenthetjük adott esetben egy vagy több közbülső forralónak a reakcióoszlop felső részébe való beépítésével. Ebben a konfigurációban lehetséges a metanol részáramoknak folyadék-halmazállapotban való adagolása a reakcióoszlop felső részébe.

Előnyös a reakcióoszlop $0,5 \times 10^5$ - 40×10^5 Pa (0,5-40 bar), előnyösen 1×10^5 - 15×10^5 Pa (1-15 bar), különösen előnyösen 3×10^5 - 10×10^5 Pa (3-10 bar) nyomáson való üzemeltetése, mivel magasabb nyomáson kisebb hőbefektetés és kevesebb metanol szükséges.

A rektifikáló oszlopban levő nyomás tág határok között szabadon választható. Ajánlott körülbelül 1×10^5 - 4×10^5 Pa (1-4 bar) nyomáson dolgozni. Gőzkompresszió esetében a két oszlop közötti nyomáskülönbséget előnyösen úgy választjuk meg, hogy a metanol/víz elegy vagy a metanol áram gőz kompressziója könnyen elérhető legyen.

A reakcióhoz és az alkálifém-metoxid-oldat hígításához szükséges metanolt legfeljebb a forráspontjának megfelelő hőmérsékleten, előnyösen szobahőmérsékleten adagoljuk be a rektifikáló oszlop tetején.

A találmány egy további megvalósításában, amely a beruházási költség tekintetében előnyös, a reakcióoszlopot és a rektifikáló

oszlopot egy közös külső oszlopfalon belül helyezzük el, amelyben az oszlop alsó tartományát a két fal közé helyezett függőleges elválasztó fallal osztjuk ketté megakadályozva az oszlop ezen altartományában a gőzáram és a folyadékáram összekeveredését, ezen függőlegesen elválasztott tartomány mindkét felének külön visszaforralója van, amelyeken át vesszük le az alkoxid oldatot vagy a vizet; az oszlop tetején legalább 0,5, előnyösen 0,8-1,4 refluxaránynál nyert 20-100 ppm víztartalmú metanolt kondenzátoron és gőzkompresszoron vezetjük át, és ezt követően az oszlop alsó részének az altartományában vezetjük be, ahol az alkoxid oldatot leszedjük.

Ilyen működési mód mellett azt találtuk, hogy az oszlop $0,5 \times 10^5$ - 10×10^5 Pa (0,5-10 bar), előnyösen 1×10^5 - 8×10^5 Pa (1-8 bar), különösen előnyösen 3×10^5 - 5×10^5 Pa (3-5 bar) nyomáson való üzemeltetése előnyös.

A találmány szerinti eljárás előnyösen megvalósítható egy az 1-3. ábrákon bemutatott berendezésben.

Az 1. ábrán levő berendezésben a vizes alkálifém-hidroxidot az (1) vezetéken keresztül vezetjük a (2) hőcserélőbe, amelyben felmelegítjük az adagolási hőmérsékletre, kívánt esetben részlegesen elpárologtatjuk, és a (3) vezetéken át a (4) oszlop tetején betápláljuk. Az alkálifém-metoxid-oldatot az oszlop alján a (6) vezetéken keresztül vezetjük el. Az oszlop alján egy (5) forraló van, amellyel az alkálifém-metoxid-oldat koncentrációját a kívánt értékre állítjuk be. Az (5) forralóból származó gőzt a (7) vezetéken át az oszlop alsó részébe vezetjük. A gázhalmazállapotú metanolt a (8) vezetéken keresztül szintén az oszlop alsó

részebe vezetjük. Továbbá a (8) vezetéken való bevezetésen kívül a gázhalmazállapotú metanol bevezethető az oszlop felső részébe a (20) vezetéken vagy vezetékeken keresztül. Az oszlop tetején a (9) metanolt és vizet tartalmazó áramot kondenzálás nélkül, gázhalmazállapotban vezetjük el, a (10) gőzkompRESSzorral komprimáljuk, és a (11) vezetéken keresztül a (12) desztilláló oszlopba vezetjük. Ennek az oszlopnak az alján vesszük el a vizet a (18) vezetéken keresztül. Az oszlopot a (16) párologtatóval fűtjük fel, amely a gőzáramot a (7) vezetéken keresztül az oszlop alsó részébe táplálja be. Az oszlop tetején a folyadék-halmazállapotú metanolt a (19) vezetéken keresztül vezetjük be. Az oszlop tetején nyert gőzáramot a (13) vezetéken keresztül a (14) kondenzátorba továbbítjuk, ahol a gőz egy része kondenzál, és a (15) vezetéken keresztül folyadék-halmazállapotban tápláljuk be az oszlop tetején, a maradék gőzáramot pedig a (21) vezetéken keresztül vesszük el, és a (4) reakcióoszlopba vezetjük be a (8) és (20) vezetékeken keresztül.

A 2. ábra az 1. szemléltető megvalósítás egy változatát mutatja be, amelyben a (4) reakcióoszlopot magasabb nyomáson üzemeltetjük, mint a (12) oszlopot. A (4) oszlop tetején vett (9) gőzáramot közvetlenül a (12) oszlopba tápláljuk be. A (12) oszlop (14) kondenzátorából levett (21) gőzáramot a (10) kompresszor továbbítja, és onnan a (8) és (20) vezetékeken keresztül a (4) oszlopba tápláljuk be.

A 3. ábra a berendezés egy kedvező egyszerűsítését mutatja be, ahol a 1-2. ábrán levő (4) és (12) oszlopokat egy (22) oszloppá egyesítjük. Ennek az oszlopnak az alsó részén van egy (23)

elválasztó fal, amely ezt a tartományt a (24) és (25) altartományra osztja. A vízes alkálifém-hidroxidot az (1) vezetéken keresztül vezetjük a (2) hőcserélőbe, amelyben az adagolási hőmérsékletére fűtjük, kívánt esetben részlegesen elpárologtatjuk, és a (3) vezetéken át az oszlop (24) altartományába vezetjük az elválasztó fal felső részéhez. Az oszlop (24) altartományának alsó végén egy (5) forraló van, amellyel az alkálifém-metoxid-oldat koncentrációját a kívánt értékre állíthatjuk be, és az alkálifém-metoxid-oldatot a (6) vezetéken át vesszük el. Az elpárologatóból származó gőzt a (7) vezetéken át az oszlop (24) altartományának alsó részébe vezetjük. A gázhalmazállapotú metanolt a (8) vezetéken keresztül szintén az oszlop (24) altartományának alsó részébe vezetjük. A (8) vezetéken való bevezetésen kívül gázhalmazállapotú metanol vezethető be az oszlop (24) altartományának felső részébe a (20) vezetéken vagy vezetékeken keresztül.

A vizet az oszlop (25) altartományának alsó végén vesszük le a (18) vezetéken keresztül.

Az oszlop (25) altartományát a (16) forraló fűti, amely a gőzáramot az oszlop (25) altartományának alsó végébe a (17) vezetéken keresztül vezeti. A folyadék-halmazállapotú metanolt az oszlop tetején, a (19) vezetéken keresztül vezetjük be. Az oszlop tetején nyert gőzáramot a (13) vezetéken keresztül vezetjük a (14) kondenzátorba, amelyben a gőz egy része kondenzál, és folyadék-halmazállapotban vezetjük a (15) vezetéken keresztül az oszlop tetejére, míg a gőzáram maradékát a (21) vezetéken keresztül elvezetjük, a (10) gőzkompresszorban komprimáljuk, és a

(8) és (20) vezetékeken keresztül az oszlop (24) altartományába vezetjük.

Példák

1. példa:

27 g/óra tömegáramú, 75 °C-ra felfűtött 50%-os vizes nátrium-hidroxid-oldatot táplálunk be egy 3x3 mm dróthálós gyűrűket tartalmazó 1 m magasságú oszlop tetején. Ez az ágymagasság körülbelül 20 elméleti tányérnak felel meg. Az oszlop kettős falal rendelkezik, ami az oszlopot keresztirányban négy kamrára osztja fel. Mindegyik kamrát 80 °C-ra felfűtött olajárammal tápláljuk. Az oszlop belső hőmérséklete 71-75 °C. Az oszlopot reflux nélkül működtetjük. Ebben az üzemeltetési módban a védő melegítéssel együtt a folyadékáram-gázáram-átlagarányt nem több, mint 15%-kal lépjük túl, és az áteresztés az oldalakon az elpárologtatással minimalizált.

Az oszlopot környezeti nyomáson működtetjük. Az ágy alsó végébe körülbelül 20 ppm víztartalmú és 61 °C hőmérsékletű, 532 g/óra tömegáramú, folyadék-halmazállapotú metanoláramot táplálunk be. Az oszlop fenéktermék-árama (61 g/óra) a nátrium-metoxid 30 tömegszázalékos metanolos oldatából áll, és körülbelül 60 ppm vizet és 410 ppm nátrium-hidroxidot tartalmaz. A hőmérséklet az oszlop tetején 75 °C. Az oszlop tetejéről elvitt áram 3,93 tömegszázalékos víztartalmú metanolból áll, és tömegárama 498 g/óra. Ezt az áramot gázhalmazállapotban tápláljuk be a második oszlopba az 5. elméleti tányér szintjénél. Ez a második oszlop 40 buboréksapkás tányért tartalmaz, ami 29 elméleti tányérnak felel meg, és atmoszférikus nyomáson működik. A

refluxarány 1,3. Az oszlop tetejéről elvitt áram a teljes kondenzáció után 30 ppm víztartalmú metanolból áll, és tömegárama 478 g/óra. A kondenzátum pufferbe a berendezésből elvitt metanol áramnak (54 g/óra) megfelelő mennyiségű metanolt táplálunk be. A kondenzátorból elvitt áramot a reakcióoszlopba tápláljuk be. A második oszlop fenékterméke (20 g/óra) a vizes nátrium-hidroxidból származó és a reakcióban képződő vizet együtt szállítja 1 tömegszázalékos maradék metanollal a rendszeren kívülre.

C2. összehasonlító példa: (nem a találmány szerint)

29 g/óra tömegáramú, 75 °C-ra felfűtött 50%-os vizes nátrium-hidroxid-oldatot táplálunk be egy 3x3 mm dróthálós gyűrűket tartalmazó 1 m magasságú oszlop tetején. Ez az ágymagasság körülbelül 20 elméleti tányérnak felel meg. Az oszlop kettős falal rendelkezik, ami az oszlopot keresztirányban négy kamrára osztja fel. A kamrákat nem tápláljuk melegítő közeggel. Végig az oszlop falán folyadék áteresztést figyeltünk meg. Ez a folyadékáram körülbelül 3-5% -a volt a teljes folyadékáramnak. Az oszlopot környezeti nyomáson működtetjük. Az ágycső alsó végébe körülbelül 20 ppm víztartalmú és 60 °C hőmérsékletű, 535 g/óra tömegáramú, folyadék-halmazállapotú metanol áramot táplálunk be. Az oszlop fenéktermék árama (66 g/óra) nátrium-metoxid 30 tömegszázalékos metanolos oldatából áll, és körülbelül 1070 ppm vizet és 4060 ppm nátrium-hidroxidot tartalmaz. Az oszlopot reflux nélkül működtetjük, és a hőmérséklet az oszlop tetején 75 °C. Az oszlop tetejéről elvitt áram 4,2 tömegszázalékos víztartalmú metanolból áll, és tömegárama 498 g/óra. Ezt az áramot gázhalmazállapotban tápláljuk be a második oszlopba az 5. elméleti tányér szintjé-

nél. Ez a második oszlop 40 buboréksapkás tányért tartalmaz, ami 29 elméleti tányérnak felel meg és atmoszféra nyomáson működik. A refluxarány 1,3. Az oszlop tetejéről elvitt áram a teljes kondenzáció után 30 ppm víztartalmú metanolból áll, és 477 g/óra tömegárama van. A kondenzátum pufferbe a berendezésből elvitt metanol áramnak (58 g/óra) megfelelő mennyiségű metanolt táplálunk be. A kondenzátorból elvitt áramot a reakcióoszlopba tápláljuk be. A második oszlop fenékterméke (20 g/óra) a vizes nátrium-hidroxid-oldatából származó és a reakcióban képződő vizet együtt szállítja 1 tömegszázalékos maradék metanollal a rendszeren kívülre.

3. példa:

A 3. példa nátrium-metoxid szintézisét írja le egy elválasztott falú oszlopban, amelyet a 3. ábra mutat be. Kis oszlopátmérőnél, amely a laboratóriumban előfordul, egyszerűbb két kolonnából megépíteni az elválasztó fal tartományát, mint a megfelelő oszlop szakaszt elválasztani. Ezen okból kifolyólag az eldesztilláló szakaszt az elválasztó fal kialakításához a következőképpen építettük meg laboratóriumi tesztekhez: a (24) szakasz 3 x 3 mm dróthálós gyűrűkből (20 elméleti tányér) álló 1 m hosszúságú ágyból áll, és a (25) szakasz 10 buboréksapkás tányérből (7 elméleti tányér) álló oszlop szakaszból áll. A rektifikáló szakasz hasonlóan egy 3x3 mm dróthálós gyűrűkből álló 1 m hosszúságú ágyból (20 elméleti tányér) áll.

A (24) oszlop szakaszt kettős fallal látjuk el, amelyet az oszlopra keresztirányban 4 kamrára osztunk. Mindegyik kamrát 80 °C-ra melegített olajárammal tápláljuk. Az oszlop belső hőmérsék-

lete 71-75 °C. Ezáltal az áteresztést az oldalakon elkerüljük az elpárologtatással.

A 20 g/óra tömegáramú betáplálási áram 75 °C hőmérsékletű 50 %-os vizes nátrium-hidroxid-oldatból áll. Ezt az áramot a dróthálós gyűrűkből álló ágy 20. elméleti tányérjának a szintjén tápláljuk be, azaz a (24) szakasz felső végén. A termékáramot (45 g/óra) a (24) szakasz fenék részéből visszük el. Ez nátrium-metoxid 69,5%-os metanolos oldatából áll, amely 460 ppm nátrium-hidroxidot és 65 ppm vizet tartalmaz. A hőmérséklet a fenéken 71 °C.

A csepegés sűrűsége a kettős fal tartományában 0,007 l/cm²-óra a teljes hosszon. Ez a kis csepegés-sűrűség biztosítja a folyadékáram/gázáram arány állandóságát az oszlop keresztmetszetén a kapilláris effektus által, és ennek az aránynak az átlagértékétől 15%-kal nagyobb eltérések nem fordulnak elő.

A dróthálós gyűrűkből álló ágy legfelső részét elhagyó gőzáram a közös rektifikáló szakaszba megy. Az oszlopot atmoszférayomáson működtetjük. A refluxarány 1,4. Az oszlop tetején körülbelül 25 ppm víztartalmú metanol áramot (50 g/óra) kapunk teljes kondenzáció után, és a metanolt a rendszerből a kondenzátum tárolóba visszük (40 g/óra) pótlásra, és ezt a metanol áramot tápláljuk be az (24) oszlop szakaszba az ágy alsó szintjén. A rektifikáló szakasz alsó végén egy visszakapcsoló elosztó van, amelyet úgy helyezünk el, hogy minden lefelé haladó áram a (25) oszlop-szakaszba menjen. A (25) szakasz fenékrészéből elvitt áram még körülbelül 1 tömegszázalékban tartalmaz metanolt, és 15 g/óra tömegáramot ér el.

Szabadalmi igénypontok

1. Eljárás alkálifém-metilátok előállítására vizes, adott me-^{esetben} tanollal elegyített alkálifém-hidroxid-oldatból, és metanolból egy reakcióoszlopban (4), amely legalább 5, előnyösen 15-30 elméleti tányérszámmal rendelkezik a vizes alkálifém-hidroxid-oldat betáplálási pontja (3) és a metanol betáplálási pontja (8) között, és a reakció során képződött gázhalmazállapotú metanol-víz elegy rektifikáló oszlopon (12) való elválasztásából, azzal jellemezve, hogy a buboréksapkás, szelepes vagy szitatá-nyéros reakcióoszlop (4) esetében a tányérokat úgy választjuk meg, hogy a folyadék legfeljebb 5%-a, előnyösen $\leq 1\%$ -a csepegjen keresztül a megfelelő tányérokon, vagy a reakcióoszlopot (4) rendezetlen töltettel vagy rendezett töltettel látjuk el, ahol a folyadékáram és a gőzáram átlagaránya nem lehet több 15%-nál, előnyösen 3%-nál az oszlopkeresztmetszet minden altartományában, ami a teljes oszlopkeresztmetszet legalább 2%-ának felel meg, amennyiben az oszlop keresztmetszetének az oszlopköpennyel szomszédos környezetében, amely tartomány a teljes oszlopkeresztmetszet 2-5%-ának felel meg, a keresztmetszet többi részéhez viszonyítva egészen 100%-kal, előnyösen 5-15%-kal csökkentjük a folyadékcsepegés sűrűségét, és a rendezetlen vagy rendezett töltetű reakcióoszlopok (4), (24) belső falának hőmérséklete 3-10 °C-kal melegebb, mint az oszlop belseje, a reakcióoszlopot reflux nélkül üzemeltetjük, és a reakcióoszlop és a rektifikáló oszlop lehet egyedi, különálló oszlop (4) és (12) vagy egyetlen közös oszlopköpenyen (22) vannak elhelyezve.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a vizes alkálifém-hidroxid-oldatot elektrokémiai úton, előnyösen membrános eljárással állítjuk elő.

3. Az 1. vagy 2. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a vizes alkálifém-hidroxid-oldat koncentrációja legalább 30%, előnyösen telített, és hőcserélővel (2) a reakcióoszlopban uralkodó nyomásnak megfelelő forráspont közelébe melegítjük a reakcióoszlopba (4), (24) való bevezetés előtt.

4. Az 1-3. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a metanol tömege 10 - 50 -szerese, előnyösen 30 - 40-szerese a vizes alkálifém-hidroxid-oldattal együtt bevitt víz tömegének, ha az alkálifém-hidroxid nátrium-hidroxid vagy kálium-hidroxid.

5. Az 1-4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a metanol-víz elegyből a rektifikáló oszlopban (12), (25) legalább 0,5, előnyösen 0,8-1,4 refluxaránynál képződő 20-100 ppm víztartalmú metanolt egy kondenzátoron (14) és egy gőzkompresszoron (10) keresztül a reakcióoszlop (8) alsó felébe visszavezetjük.

6. Az 5. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a rektifikálás után nyert, 20-100 ppm víztartalmú metanoláramnak csak 10-70% közötti, előnyösen 30-50% közötti részét adagoljuk be a reakcióoszlop (8) alsó részén, a többi részét egyetlen áramban vagy több részáramra (20) osztva adagoljuk be gázhalmazállapotban az alkálifém-hidroxid adagolási pontjától (3) előnyösen 1-10, különösen előnyösen 1-3 elméleti tányérral lejjebb.

7. Az 1-6. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, azzal

jellemezve, hogy friss metanolt legfeljebb a forráspontjának megfelelő hőmérsékleten, előnyösen szobahőmérsékleten, adagolunk be a rektifikáló oszlop tetején (19).

8. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a reakcióoszlop (4) és a rektifikáló oszlop (12) különálló oszlopok.

9. A 8. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy metanol-víz elegyből a rektifikáló oszlopban (12), amelyet egy gőzkompresszor (10) előz meg, legalább 0,6, előnyösen 0,8-1,4 refluxaránynál képződött 20-100 ppm víztartalmú metanolt egy kondenzátoron (14) a reakcióoszlopba visszavezetjük.

10. A 8. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a reakcióoszlop (4) $0,5 \times 10^5$ - 40×10^5 Pa (0,5-40 bar), előnyösen 1×10^5 - 15×10^5 Pa (1-15 bar), különösen előnyösen 3×10^5 - 10×10^5 Pa (3-10 bar) nyomáson üzemeltetjük.

11. Az 1. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a reakcióoszlop és a rektifikáló oszlop egy közös külső oszlopfalon (22) belül helyezzük el, amelyben az oszlop alsó tartományát a két fal közé helyezett függőleges elválasztó fallal (23) osztjuk ketté, megakadályozva az oszlop ezen altartományában a gőzáram és a folyadékáram összekeveredését, és ezen függőlegesen elválasztott tartomány mindkét felének saját elgőzölögtetője (5), (16) van, amelyeken keresztül vesszük le az alkoxid oldatot (6), valamint a vizet (18).

12. Az 11. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy a legalább 30% koncentrációjú és közel forráshőmérsékletre melegített alkálifém-hidroxid-oldatot az elválasztó fal (23) felső

végénél (3) vezetjük be abba az altartományba, ahol az alkoxid oldatot elvesszük (24).

13. Az 12. igénypont szerinti eljárás, azzal jellemezve, hogy az oszlopot (22) előnyösen 1×10^5 - 8×10^5 Pa (1-8 bar), különösen előnyösen 3×10^5 - 5×10^5 Pa (3-5 bar) nyomáson üzemeltetjük.

A meghatalmazott:

Delella et al.

1000

44

[illegible]

Abstract

[Signature]

FIG.1

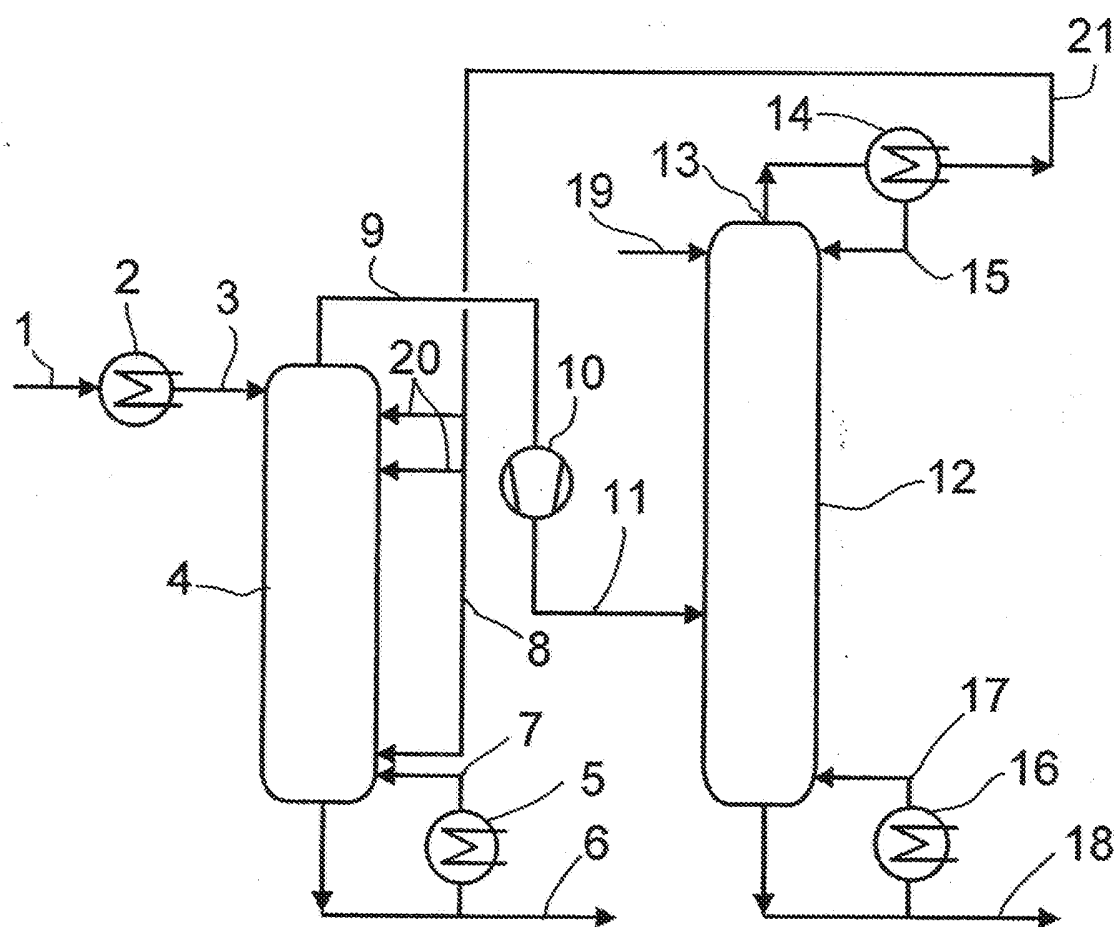


FIG.2

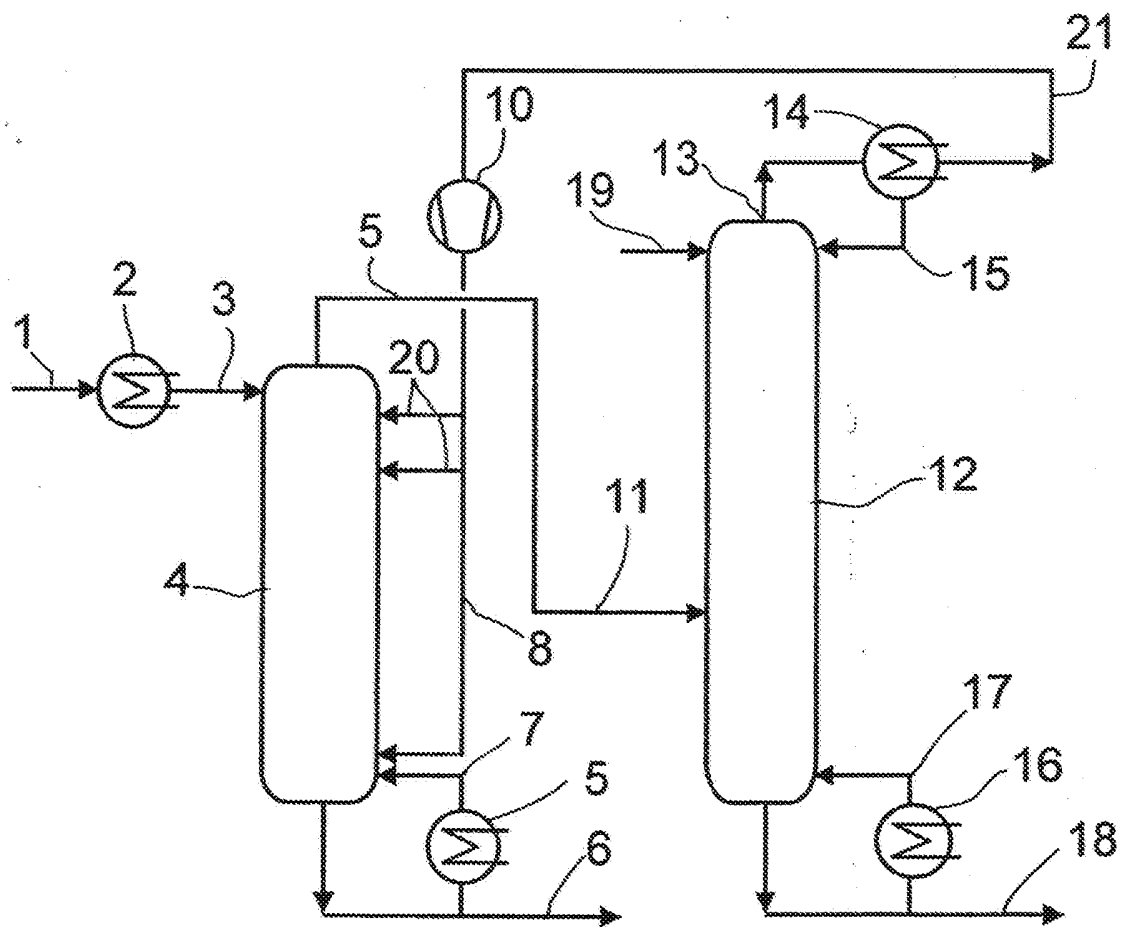


FIG.3

