



(11) RO 127017 B1

(51) Int.Cl.

B01D 3/14 (2006.01).

C07D 301/32 (2006.01)

(12)

BREVET DE INVENTIE

(21) Nr. cerere: **a 2010 00634**

(22) Data de depozit: **21.07.2010**

(45) Data publicării mențiunii acordării brevetului: **30.07.2012** BOPI nr. **7/2012**

(41) Data publicării cererii:
30.01.2012 BOPI nr. **1/2012**

(73) Titular:
• OLTCHIM S.A., STR. UZINEI NR. 1,
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO

(72) Inventatori:
• OPREA FLORIN, STR. MALU ROŞU
NR. 79 A, BL. 106C, SC.B, AP. 34,
PLOIEŞTI, PH, RO;
• FENDU ELENA-MIRELA, STR. VORNICEI
NR. 4, AP.2, PLOIEŞTI, PH, RO;
• NICOLAE MARILENA, BD. BUCUREŞTI
NR.39, BL.C3, AP.224, PLOIEŞTI, PH, RO;

• ROIBU CONSTANTIN,
STR. TUDOR VLADIMIRESCU NR. 22, BL.3,
SC. A, AP. 6, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;
• MOLDOVAN NICOLAE,
ALEEA PRIVEGHETORII NR.1, BL.8, SC.A,
AP.5, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;
• ANDREI LAURENTIU, STR. DR. HACMAN
NR.2, BL A1, SC.A, AP.36,
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;
• ZARNOIANU DANIELA,
ALEEA CIOCÂRLIEI NR.4, BL.2, SC.A,
AP.74, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO

(56) Documente din stadiul tehnicii:
RO 119883 B1; RO 115443 B1;
RO 116277 B1

(54) PROCEDEU DE SEPARARE A PROPENOXIDULUI OBȚINUT ÎN CADRUL INSTALAȚIEI DE FABRICARE PROPENOXID

Examinator: dr. chimist CONSTANTINESCU ADELA



Orice persoană are dreptul să formuleze în scris și motivat,
la OSIM, o cerere de revocare a brevetului de inventie, în
termen de 6 luni de la publicarea mențiunii hotărârii de
acordare a acesteia

RO 127017 B1

1 Invenția se referă la un procedeu de separare a propenoxidului din cadrul instalației
2 de fabricare a propenoxidului, procedeu aplicabil la instalațiile de fabricare a propenoxidului
3 prin procedeul de clorhidrinare.

4 Procedeul industrial de fabricare a propenoxidului prin clorhidrinare cuprinde
5 următoarele etape [Măcriș, V., *Ingineria derivatilor etilenei și propilenei*. Derivații
6 propilenei, vol. 2, pp. 249...279, Editura tehnică, București, 1997; Velea, I., Ivănuș, Gh.,
7 *Monomeri de sinteză*, vol.2, pp. 25...42, Editura tehnică, București, 1990]:

8 - reacția de clorhidrinare a propenei cu o soluție apoasă de clor, respectiv acid
9 hipocloros, reacție ce are loc într-un reactor cu barbotare;

10 - reacția de saponificare, respectiv tratarea produsului de reacție de clorhidrinare cu
11 lapte de var (soluție apoasă de hidroxid de calciu), reacție prin care rezultă propenoxid.
12 Reacția are loc într-o coloană de fracionare reactivă, în care, concomitent cu reacția de
13 saponificare, are loc separarea pe la vârful coloanei, după condensarea totală a vaporilor,
14 a întregii cantități de propenoxid produs sub forma unui concentrat de 40-60% în greutate,
15 propenoxid alături de care sunt prezenți apa, reactanți nereacționați și produse secundare
16 de reacție, produs cunoscut sub denumirea de propenoxid brut. De fapt, produsul condensat
17 este format din două faze, o fază bogată în propenoxid și o fază bogată în apă. La vârful
18 coloanei de saponificare este introdus cu rol de reflux un flux format dintr-o soluție apoasă
19 de 2% propenoxid, flux care provine din aceeași instalație. Aportul de căldură se furnizează
la baza coloanei printr-un flux de abur;

20 - fracionarea propenoxidului brut se face într-o coloană de fracionare prevăzută cu
21 culegerea laterală a produsului finit, propenoxidul [RO 116277/30.11.2001]. În această
22 coloană se obține la vârf un flux de vapori care conține compoziții volatili și ceva
23 propenoxid recuperat prin răcire suplimentară și spălare cu apă, iar pe la bază apa și
24 compozitia mai grea rezultați din complexul de reacții descris mai sus.

25 Procedeul are o serie de dezavantaje, printre care se menționează:

26 - vaporii de la vârful coloanei de saponificare sunt condensați total, căldura conținută
27 de aceștia este evacuată cu fluxul de apă de răcire la un nivel termic inferior care nu permite
28 recuperarea acestei cantități de căldură. Vaporii sunt formați din propenoxidul vaporizat și
29 din aburul introdus la baza coloanei;

30 - căldura de condensare a produsului de vârf trebuie din nou furnizată pentru
31 vaporizare în coloana de fracionare a propenoxidului brut;

32 - pentru condensare este nevoie atât de echipamente (condensator, vas separator),
33 cât și de un agent de răcire, respectiv apă recirculată.

34 Brevetul RO 115443/1998 propune o recuperare a căldurii din fluxul de vapori, prin
35 introducerea unei serpentine în interiorul coloanei de saponificare, deasupra primului taler,
36 respectiv a unui deflegmator. Soluția oferită de acest brevet nu este practică și prezintă
37 următoarele dezavantaje:

38 - suprafața de schimb de căldură oferită de această serpentină este mică și nu
39 asigură condensarea dorită;

40 - cantitatea de căldură rezultată din condensare este scăzută, deoarece și cantitatea
41 necesară de reflux este scăzută;

42 - reglarea ratiei de reflux este dificilă și practic imposibil de realizat;

43 Brevetul RO 119883 B1/2003 prevede ca întreg fluxul de vapori de la vârful coloanei
44 de saponificare să fie introdus în coloana de fracionare a propenoxidului brut.

45 RO 116277 B1 descrie un procedeu de preparare a propenoxidului în care produsul
46 saponificat se concentrează în propenoxid, într-o coloană de saponificare, care separă pe
47 la vârf concentratul de propenoxid brut, iar pe la bază excesul de soluție de var. În

RO 127017 B1

continuare, propenoxidul brut, obținut sub formă de vapori pe la vârful coloanei de saponificare, se condensează total, iar din acest condens (lichid), o parte se dă ca reflux la vârful coloanei (partea inferioară a lichidului, bogată în apă), iar cealaltă parte alimentează o coloană de distilare care permite obținerea pe la vârf a unui propenoxid de înaltă puritate, iar pe la bază excesul de apă și unii produși secundari de reacție.	1
Dezavantajele care au făcut ca acest brevet să nu poată fi aplicat sunt:	3
- presiunea insuficientă de la vârful coloanei de saponificare nu permite ca vaporii să poată intra în coloana de frăționare prin proprie presiune;	5
- creșterea presiunii pe coloana existentă este de neacceptat din cauza prescripțiilor ISCIR. Aceasta ar conduce la înlocuirea actualei coloane cu o coloană care să lucreze la presiuni mai ridicate, costurile de investiție fiind mari și nefiind acoperite de economiile realizate prin aplicarea brevetului.	9
Apare necesitatea unei turbosuflante care, având în vedere temperatura relativ ridicată a vaporilor și debitul acestora, va avea un cost de investiție ridicat.	11
Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în stabilirea parametrilor și a condițiilor de lucru pentru separarea propenoxidului cu un consum energetic scăzut, prin introducerea unei condensări parțiale a vaporilor de la vârful coloanei de saponificare, vaporii separați sunt comprimați printr-o turbosuflantă și împinși într-o coloană de frăționare a propenoxidului brut, iar lichidul separat este împins cu o pompă la aceeași coloană.	13
Procedeul de separare a propenoxidului de la faza de saponificare-frăționare din cadrul instalației de fabricarea a propenoxidului constă în aceea că vaporii de la vârful coloanei de saponificare, având o concentrație în propenoxid de 30-40% în greutate, presiunea de 1,0-1,3 bari și temperatura de 90-100°C, sunt condensați parțial la o temperatură cuprinsă între 55 și 70°C, produsul obținut după condensare fiind separat în două faze, faza vaporii fiind comprimată cu o turbosuflantă până la o presiune de 1,3-1,5 bari și introdusă pe un taler din zona superioară a coloanei de frăționare a propenoxidului brut, faza lichid fiind pompată pe un taler din zona inferioară a coloanei de frăționare a propenoxidului brut, refluxul coloanei de saponificare fiind constituit dintr-un flux de apă și propenoxid rezultat din instalația de fabricare a propenoxidului.	15
Avantajele prezentei invenții sunt următoarele:	19
- prin condensare parțială se recuperează o parte din căldura conținută de fluxul de vapori de la vârful coloanei de saponificare;	21
- recuperarea acestei călduri reduce corespunzător consumul de abur de la refierbătorul coloanei de frăționare a propenoxidului brut;	23
- se reduce consumul de apă de răcire la vârful coloanei de saponificare;	25
- investiția necesară este minimă și constă doar dintr-o turbosuflantă, care va funcționa la o temperatură mai redusă decât în cazul brevetului, și conductele de vapori aferente;	27
- echipamentele existente (condensator, vas de separare, pompe) sunt utilizate fără modificări esențiale;	29
- o parte din energia electrică necesară comprimării este recuperată prin reducerea consumului de energie de pompă;	31
- efortul de separare al coloanei frăționare a propenoxidului brut se reduce prin alimentarea în zone diferite cu două fluxuri care conțin propenoxid în concentrații foarte apropriate de cele ale fluxurilor interioare din zona respectivă. Faza vaporii, mai bogată în propenoxid, se introduce în zona concentrațiilor de propenoxid ridicate din coloană, respectiv zona superioară.	33
	35
	37
	39
	41
	43
	45
	47

1 Faza lichidă, mai bogată în apă, se introduce în zona concentrațiilor de propenoxid
2 mai scăzute. Reducerea efortului de separare se materializează prin reducerea rației de
3 reflux pentru obținerea aceleiași concentrații a produsului finit, respectiv propenoxidul de
4 înaltă puritate.

5 Se dă un exemplu de realizare a invenției, în legătură cu figura care reprezintă
6 schema tehnologică a procedeului de separare a propenoxidului cu consumuri energetice
7 scăzute.

8 Sistemul de separare a propenoxidului din instalația de fabricare a propenoxidului
9 constă în două coloane, o coloană de saponificare și o coloană de fracționare a pro-
10 penoxidului brut. Coloana **CL1** este o coloană de saponificare. Ea este alimentată cu un
11 produs rezultat de la saponificarea propilenclorhidrinei cu lapte de var, produs introdus în
12 coloană cu pompa **P1**. La baza coloanei se introduce un flux de abur necesar generării fazei
13 vaporii din coloană, iar la vârf, cu pompa **P2**, în loc de reflux, o soluție apoasă de propenoxid
14 rezultată dintr-o altă fază a procesului.

15 La vârful coloanei se obține un flux de vapori având o concentrație în propenoxid de
16 30-70% în greutate, presiunea de 1,0-1,3 bari și temperatura de 90-100°C. Aceștia sunt con-
17 densați parțial la o temperatură cuprinsă între 55 și 70°C în condensatorul **C1** și introduși în
18 vasul separator **V1**. Vaporii separați sunt preluăți de compresorul **CP1**, comprimați la 1,3-1,5 bari
19 și împinși în coloana de fracționare a propenoxidului brut **CL2**, pe un taler din zona superioară.
20 Lichidul separat este pompat cu pompa **P3** pe un taler din zona inferioară a coloanei **CL2**.

21 Coloana **CL2** separă pe la vârf un flux gazos de compoziții ușori, lateral propeno-
22 noxidul finit, evacuat cu pompa **P5**, iar pe la bază un flux rezidual constituit din excesul de
23 apă și din compuși organici mai grei decât propenoxidul. Refluxul necesar coloanei se obține
24 printr-o condensare parțială în condensatorul **C2** și separat în vasul **V2**, după care este
25 împins în coloană cu pompa **P4**.

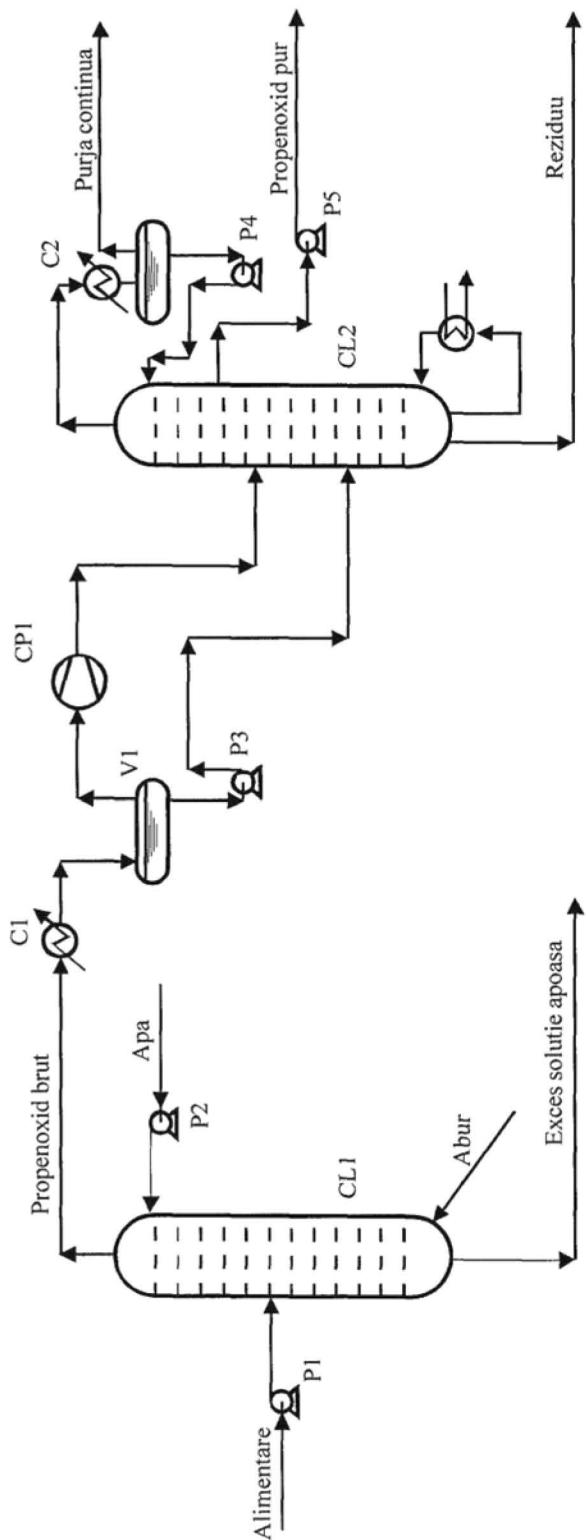
RO 127017 B1

Revendicare

Procedeu de separare a propenoxidului de la faza de saponificare-fracționare din cadrul instalației de fabricare a propenoxidului, **caracterizat prin aceea că** vaporii de la vârful coloanei de saponificare, având o concentrație în propenoxid de 30...40% în greutate, presiunea de 1,0...1,3 bari și temperatura de 90...100°C, sunt condensați parțial la o temperatură cuprinsă între 55 și 70°C, produsul obținut după condensare fiind separat în două faze, faza vaporii fiind comprimată cu o turbosuflantă până la o presiune de 1,3...1,5 bari și introdusă pe un taler din zona superioară a coloanei de fracționare a propenoxidului brut, faza lichid fiind pompată pe un taler din zona inferioară a coloanei de fracționare a propenoxidului brut, refluxul coloanei de saponificare fiind constituit dintr-un flux de apă și propenoxid rezultat din instalația de fabricare a propenoxidului.

RO 127017 B1

(51) Int.Cl.
B01D 3/14 (2006.01),
C07D 301/32 (2006.01)



**Editare și tehnoredactare computerizată - OSIM
Tipărit la: Oficiul de Stat pentru Invenții și Mărci
sub comanda nr. 388/2012**