



(12) **CERERE DE BREVET DE INVENȚIE**

(21) Nr. cerere: **a 2011 00081**

(22) Data de depozit: **31.01.2011**

(41) Data publicării cererii:
30.07.2012 BOPI nr. **7/2012**

(71) Solicitant:
• **OLTCHIM S.A.**, STR.UZINEI NR.1,
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO

(72) Inventatori:
• **OPREA FLORIN**, STR.MALU ROȘU NR.79
A, BL.106 C, SC.B, AP.34, PLOIEȘTI, PH,
RO;
• **FENDU ELENA-MIRELA**, STR.VORNICEI
NR.4, AP.2, PLOIEȘTI, PH, RO;
• **NICOLAE MARILENA**, BD.BUCUREȘTI
NR.39, BL.C3, AP.224, PLOIEȘTI, PH, RO;
• **ROIBU CONSTANTIN**,
STR.TUDOR VLADIMIRESCU NR. 22, BL. 3,
SC. A, AP. 6, RÂMNICU-VÂLCEA, VL, RO;

• **MIHĂESCU DANIEL**,
STR. SOLD. EROU NICOLAE ARHIP NR. 1,
BL. 100, SC. B, AP. 29, RÂMNICU VÂLCEA,
VL, RO;
• **PANĂ ALEXANDRU**,
STR. MIHAI VITEAZU NR. 69, BL. 101,
SC. A, AP. 14, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;
• **LUMEZEANU GHEORGHE**,
STR. GENERAL MAGHERU NR. 9, BL. F,
SC. A, AP. 3, RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;
• **OPREA ANDREI**, STR. MIHAI VITEAZU
NR. 45, BL. 1, SC. A, AP. 23,
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;
• **ABABI VASCU VICTOR GEORGE**,
STR MIHAI VITEAZU NR. 45, BL. 3, AP. 2,
RÂMNICU VÂLCEA, VL, RO;
• **GEORGESCU CRISTIAN**,
STR. VENIAMIN COSTACHE NR. 1, BL. 28B,
ET. 6, AP. 24, PLOIEȘTI, PH, RO

(54) **PROCEDEU DE SEPARARE A UNEI FRAȚII DE OCTANOLI
DIN OCTANOLUL RECUPERAT DE LA FABRICAREA
PLASTIFIANȚILOR PE BAZĂ DE OCTANOL**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de separare a unei fracții de octanoli utilizați la fabricarea unor plastifianți. Procedeu conform invenției constă din fracționarea octanolului recuperat de la fabricarea plastifianților pe bază de octanol, în două sau trei etape, prin modificarea parametrilor coloanelor de fracționare din care se separă o fracție ușoară, o fracție de octanoli care se

poate recircula la fabricarea plastifianților, sau o fracție de octanol produs comercial, cu minimum 99,5% octanoli, și o fracție grea.

Revendicări: 1
Figuri: 3



29

OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCI
Cerere de brevet de invenție
Nr. a 2011 00081
Data depozit 31-01-2011

**PROCEDEU DE SEPARARE A UNEI FRAȚII DE OCTANOLI DIN
OCTANOLUL RECUPERAT DE LA FABRICAREA PLASTIFIANȚILOR PE
BAZĂ DE OCTANOL**

Prezenta invenție se referă la un procedeu de recuperare a unei fracții de octanoli (compusă din izomerii metil, etil pentanol și 2-etil hexanol) din fluxul de octanoli recuperați de la fabricarea plastifianților pe bază de octanoli, utilizată fie ca materie primă în procesul de fabricare a plastifianților, fie ca octanol produs comercial.

Se cunoaște că din procesul de fabricare a plastifianților pe bază de octanoli rezultă un flux de octanoli recuperați. În funcție de condițiile concrete de la fiecare instalație și în funcție de calitatea dorită a plastifiantului, acest flux este recirculat la fabricarea plastifianților, total sau parțial, sau este considerat deșeu. Se apelează la recircularea acestui flux pentru obținerea de sortimente de plastifianți de calitate inferioară. Având în vedere că în acest fel rezultă cantități importante de octanol recuperat, se pune problema conceperii unui procedeu de separare prin care să se recupereze din acest flux o fracție de octanoli care să aibă caracteristici identice cu materia primă de la fabricarea octanolului sau să aibă o calitate corespunzătoare pentru a fi recirculat pentru obținerea unor plastifianți de calitate superioară.

Identificarea componentelor din octanolul recuperat a condus la o listă ce cuprinde peste 50 de componente, dintre care amintim : 3 metil 1 heptena, 3 metil 2 heptena, 3 metil 3 heptena, 3 metilen 3 heptena, 2 octena, 2 metil 3 hexanona, 3 heptanona, 4 heptanona, 3 metil 4 heptanona, 2metil 2hepten-4ona, 2 etil hexanal, 4,5dietil 3,5 octadiena, ester 2 etil hexilic al acidului izo-butanoic, anhidridă ftalică, ester 2 etil hexilic al acidului n-butanoic, 2 etil hexil 2 etilhexanoat, dibutilftalat, izo dioctil talat, dioctilftalat. Dintre aceștia, componentii cu caracter nesaturat, aldehidele și cetonele, mai volatili decât octanolii, numiți aici produși ușori (3 metil 1 heptena, 3 metil 2 heptena, 3 metil 3 heptena, 3 metilen 3 heptena, 2 octena, 2 metil 3 hexanona, 3 heptanona, 4 heptanona, 3 metil 4 heptanona, 2metil 2hepten-4ona, 2 etil hexanal), sunt principalii vinovați pentru înrăutățirea calităților plastifianților. Componentii mai grei, numiți aici

31-01-2011

produși grei, dintre care amintim dibutilftalatul și izomerii de dioctilftalat (izo dioctilftalat, dioctilftalat), conform experienței în exploatarea instalațiilor de fabricare a plastifianților pe bază de octanoli, pot fi utilizați, în condiții clar precizate, din nou în proces, total sau parțial, aceștia fiind în anumite proporții consumați în reacție.

Procesul cunoscut de fabricare a plastifianților din care rezulta un flux de octanoli recuperat prezintă următoarele dezavantaje :

- se recuperează un flux de octanoli care are caracteristici diferite de octanolul materie primă; acest produs fie se recirculă, parțial sau total, în procesul de fabricație în anumite condiții care depind de categoria de calitate a plastifianților produși, fie se incinerează;

- prezența unor compuși ușori (3 metil 1 heptena, 3 metil 2 heptena, 3 metil 3 heptena, 3 metilen 3 heptena, 2 octena, 2 metil 3 hexanona, 3 heptanona, 4 heptanona, 3 metil 4 heptanona, 2 metil 2 hepten-4 ona, 2 etil hexanal), în fluxul de octanoli recuperați, conduce la modificări nedorite ale caracteristicilor plastifianților, în special culoarea;

- în cazul incinerării se produc compuși nedorți (oxizi de azot și dioxid de carbon) care, fie poluează, fie măresc emisiile de gaze cu efect de seră;

- prin incinerare se pierd componenți valoroși, valoarea căldurii produse fiind mai mică decât a acestora.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția constă în aceea că se stabilește o succesiune de operații de fracționare și parametri de operare pentru prelucrarea unui flux de octanoli recuperați din instalațiile de fabricare a plastifianților, prin care se separă o fracție ușoară, o fracție de octanoli cu caracteristici identice cu ale materiei prime sau cu caracteristici care să permită recircularea și o fracție grea. Scopul principal al procesului propus este îndepărtarea produșilor ușori, responsabili de calitatea plastifianților, și obținerea fie a unei fracții de octanoli de concentrație minim 99.5% masă, fie a unei amestec de octanoli și produși grei, de o concentrație care să îl facă recirculabil la fabricarea plastifianților. Pe baza acestui proces se propun variante de instalații care să realizeze scopul prezentat mai sus.

Procedeul conform invenției constă în aceea că fluxul de octanoli recuperați de la instalația de recuperare a plastifianților cu compoziția: 2-8% masă produși ușori, 75-90% masă octanoli, 2-12% masă produși grei și 2-5% izomeri DOF este introdus, *într-o primă*

varianta de realizare a invenției, într-o coloană de fracționare C1, care funcționează la o presiune cuprinsă între 200 și 300 mm Hg și o temperatură de 120 -140°C în vârf și 140 - 160°C în bază, în care sunt separați la vârf produșii ușori și pe la bază un produs care conține maxim 0.024% masă produși ușori (corespunzător unei concentrație limită care să conducă la un produs finit octanol cu o concentrație a produșilor ușori de maxim 0,025%, impusă de tehnologia de obținere a plastifianților), restul reprezentând octanoli, produși grei și izomeri de DOF conform bilanțului material, care este apoi introdus într-o coloană de fracționare C2, care funcționează la o presiune cuprinsă între 400 și 500 mm Hg și la o temperatură de 150 - 170°C în vârf și 180 - 210°C în bază, în care este separată pe la vârf o fracție de octanoli recuperați, iar pe la bază produșii grei, *fie într-o a doua variantă de realizare a invenției*, fluxul de octanol recuperat este introdus direct în coloana C3 din fluxul de separare a octanolilor dintr-o instalație de fabricare octanoli, care funcționează la o presiune cuprinsă între 400 și 700 mm Hg și cu temperaturi de 150 - 170°C în vârf și 180 - 210°C în bază, în care este separat pe la vârf un flux de octanoli care cuprinde atât octanolul fabricat cât și cel recuperat și pe la bază un flux de produși grei care conține octanoli în proporție de 30-70% masă, care este introdus în coloana C4 din fluxul de separare a octanolilor din instalația de fabricare octanoli, care funcționează la o presiune cuprinsă între 150 și 600 mm Hg și cu temperaturi de 130-160°C în vârf și 180-220°C în bază, unde se separă pe la vârf un flux de octanoli de concentrație 99.5% sau un amestec de 80-99% octanoli și produși grei care este recirculat în instalația de separare a octanolilor din instalația de fabricare octanoli și pe la bază un produs greu rezidual, *fie într-o a treia varianta de realizare a invenției*, fluxul de octanol recuperat este introdus direct în coloana C4 din fluxul de separare a octanolilor din instalația de fabricare octanoli, care funcționează la o presiune cuprinsă între 150 și 600 mm Hg și cu temperaturi de 130-160°C în vârf și 180-220°C în bază, unde se separă pe la vârf un flux de octanoli de concentrație 99.5% sau un amestec de 80-99% octanoli și produși grei care este recirculat în instalația de separare a octanolilor din instalația de fabricare octanoli și pe la bază un produs greu rezidual.

Avantajele procedurii conform invenției sunt :

31-01-2011

- permite obținerea, cu un grad ridicat de recuperare, a unei fracții de octanoli din octanolii recuperați la fabricarea plastifianților, ceea ce conduce la micșorarea consumului specific al procesului;
- calitatea fracției de octanoli este similară cu cea a octanolului utilizat la fabricarea plastifianților;
- variantele procedurii permit adaptarea fabricației astfel încât să se obțină o gamă largă de calități ale octanolilor separați care să permită atât recircularea la fabricarea diferitelor sorturi de plastifianți cât și obținerea de octanol comercial.
- procesul se poate adapta la o instalație existentă rezultând o importantă economie a costurilor de investiție.

Se dau trei exemple de realizare a invenției corespunzătoare celor trei variante de prelucrare a octanolului recuperat și în legătură cu schemele tehnologice de principiu prezentate în Figurile 1, 2 și 3.

Exemplul 1

Acest exemplu se referă la prima variantă de funcționare, în care fracția de octanoli recuperată de la instalația de recuperare a plastifianților având compoziția : 2-8% masă produși ușori, 75-90% masă octanoli, 2-12% masă produși grei și 2-5% izomeri DOF este introdusă într-o instalație similară celei din figura 1. Fluxul de octanol recuperat se introduce într-o coloană de fracționare C1, care funcționează la o presiune de 240 mm Hg și o temperatură de 135°C în vârf și 150°C în bază. Pe la vârf se separă produșii ușori și o parte din octanol în așa fel încât pe la bază se obține un flux care conține produșii ușori într-o concentrație limită impusă de tehnologia de obținere a plastifianților, concentrație care să nu ducă după prelucrarea în cea de a doua coloană la o concentrație a produșilor ușori în octanolul finit mai mare de 0.025% masă, restul fiind format din octanoli, produși grei și izomeri de DOF conform bilanțului material, care este apoi introdus într-o coloană de fracționare C2, care funcționează la o presiune de 450 mm Hg și o temperatură de 160°C în vârf și 195°C în bază, în care este separată pe la vârf fie fracția de octanoli recuperați (cu minim 99.5% masă octanoli), fie un amestec de octanoli

și produși grei care se poate recircula la fabricarea plastifianților și pe la bază produșii grei.

Exemplul 2

Acest exemplu se referă la a doua variantă de funcționare, în care fracția de octanoli se obține într-o instalație similară celei din figura 2. Fluxul de octanol recuperat se introduce într-o coloană de fracționare C1, care funcționează similar coloanei C1 de la exemplul 1. Produsul de la baza primei coloane se introduce în cea de a doua coloană din fluxul de separare a octanolilor din instalația de fabricare octanoli (numită coloana C3), care funcționează la o presiune de 440 mm Hg și cu temperaturi de 165°C în vârf și 197°C în bază, în care este separat pe la vârf un flux de octanoli cu concentrația de minim 99.5% masă, care cuprinde atât octanolul fabricat cât și cel recuperat . Pe la baza coloanei C3 rezulta un flux de produși grei care conține și o proporție apreciabilă de octanoli, flux introdus în cea de a treia coloană din fluxul de separare a octanolilor din instalația de fabricare octanoli (numită coloana C4), care funcționează la o presiune de 200 mm Hg și cu temperaturi de 140°C în vârf și 195°C în bază, unde se separă pe la vârf un flux de octanoli de concentrație 99.5% sau un amestec de 80-99% octanoli și produși grei care este recirculat în instalația de separare a octanolilor din instalația de fabricare octanoli și pe la bază un produs greu rezidual. Amestecul de octanoli și produși grei se poate recircula ca materie primă la fabricarea plastifianților în condiții clar precizate în funcție de calitatea sortului de plastifiant produs.

Exemplul 3

Acest exemplu se referă la a treia variantă de funcționare, amintită mai sus, în care fracția de octanoli se obține într-o instalație similară celei din figura 3. Fluxul de octanol recuperat se introduce într-o coloană de fracționare C1, care funcționează similar coloanei C1 de la exemplul 1. Produsul de la baza primei coloane se introduce în cea de a treia coloană din fluxul de separare a octanolilor din instalația de fabricare octanoli (numită coloana C4), care funcționează la o presiune de 210 mm Hg și cu temperaturi de 150°C în vârf și 200°C în bază, unde se separă pe la vârf un flux de octanoli cu concentrație de minim 99.5% masă sau un amestec de octanoli și produși grei care este

recirculat în instalația de separare a octanolilor din instalația de fabricare octanoli și pe la bază un produs greu rezidual. Amestecul de octanoli și produși grei se poate recircula ca materie primă la fabricarea plastifianților în condiții clar precizate în funcție de calitatea sortului de plastifiant produs.

REVENDICARE

Procedeu de separare a unei fracții de octanol din octanolul recuperat de la instalația de fabricare a plastifianților pe bază de octanol **caracterizat prin aceea că** fluxul de octanoli recuperați de la instalația de recuperare a plastifianților având compoziția : 2-8% masă produși ușori, 75-90% masă octanoli, 2-12% masă produși grei și 2-5% izomeri DOF este introdus, *într-o primă variantă de realizare a invenției*, într-o coloană de fracționare C1, care funcționează la o presiune cuprinsă între 200 și 300 mm Hg și o temperatură de 120 -140°C în vârf și 140 - 160°C în bază, în care sunt separați la vârf produșii ușori și pe la bază un produs care conține maxim 0.024% masă produși ușori (corespunzător unei concentrație limită care să conducă la un produs finit octanol cu o concentrație a produșilor ușori de maxim 0,025%, impusă de tehnologia de obținere a plastifianților), restul reprezentând octanoli, produși grei și izomeri de DOF conform bilanțului material, care este apoi introdus într-o coloană de fracționare C2, care funcționează la o presiune cuprinsă între 400 și 500 mm Hg și la o temperatură de 150 - 170°C în vârf și 180 - 210°C în bază, în care este separată pe la vârf fie fracția de octanoli recuperați, cu minim 99.5% masă octanoli, fie un amestec de octanoli și produși grei care se poate recircula la fabricarea plastifianților iar pe la bază produșii grei, *fie într-o a doua variantă de realizare a invenției*, fluxul de octanol recuperat este introdus direct în coloana C3 din fluxul de separare a octanolilor dintr-o instalație de fabricare octanoli, care funcționează la o presiune cuprinsă între 400 și 700 mm Hg și cu temperaturi de 150 - 170°C în vârf și 180 - 210°C în bază, în care este separat pe la vârf un flux de octanoli care cuprinde atât octanolul fabricat cât și cel recuperat și pe la bază un flux de produși grei care conține octanoli în proporție de 30-70% masă, care este introdus în coloana C4 din fluxul de separare a octanolilor din instalația de fabricare octanoli, care funcționează la o presiune cuprinsă între 150 și 600 mm Hg și cu temperaturi de 130-160°C în vârf și 180-220°C în bază, unde se separă pe la vârf un flux de octanoli de concentrație 99.5% sau un amestec de 80-99% octanoli și produși grei care este recirculat în instalația de separare a octanolilor din instalația de fabricare octanoli și pe la bază un produs greu rezidual, *fie într-o a treia variantă de realizare a invenției*, fluxul de octanol recuperat este introdus direct în coloana C4 din fluxul de separare a octanolilor din instalația de

fabricare octanoli, care funcționează la o presiune cuprinsă între 150 și 600 mm Hg și cu temperaturi de 130-160°C în vârf și 180-220°C în bază, unde se separă pe la vârf un flux de octanoli de concentrație 99.5% sau un amestec de 80-99% octanoli și produși grei care este recirculat în instalația de separare a octanolilor din instalația de fabricare octanoli și pe la bază un produs greu rezidual.

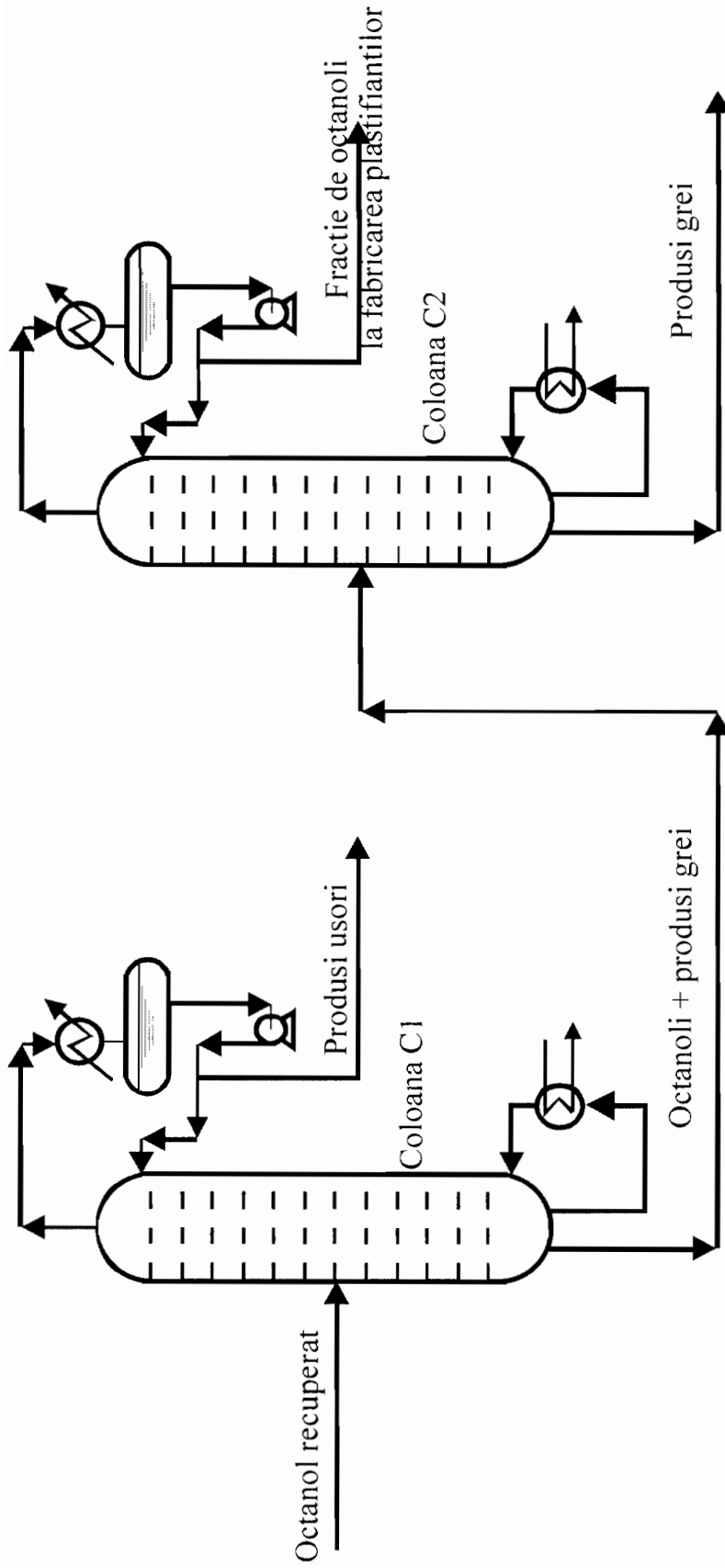


Figura 1

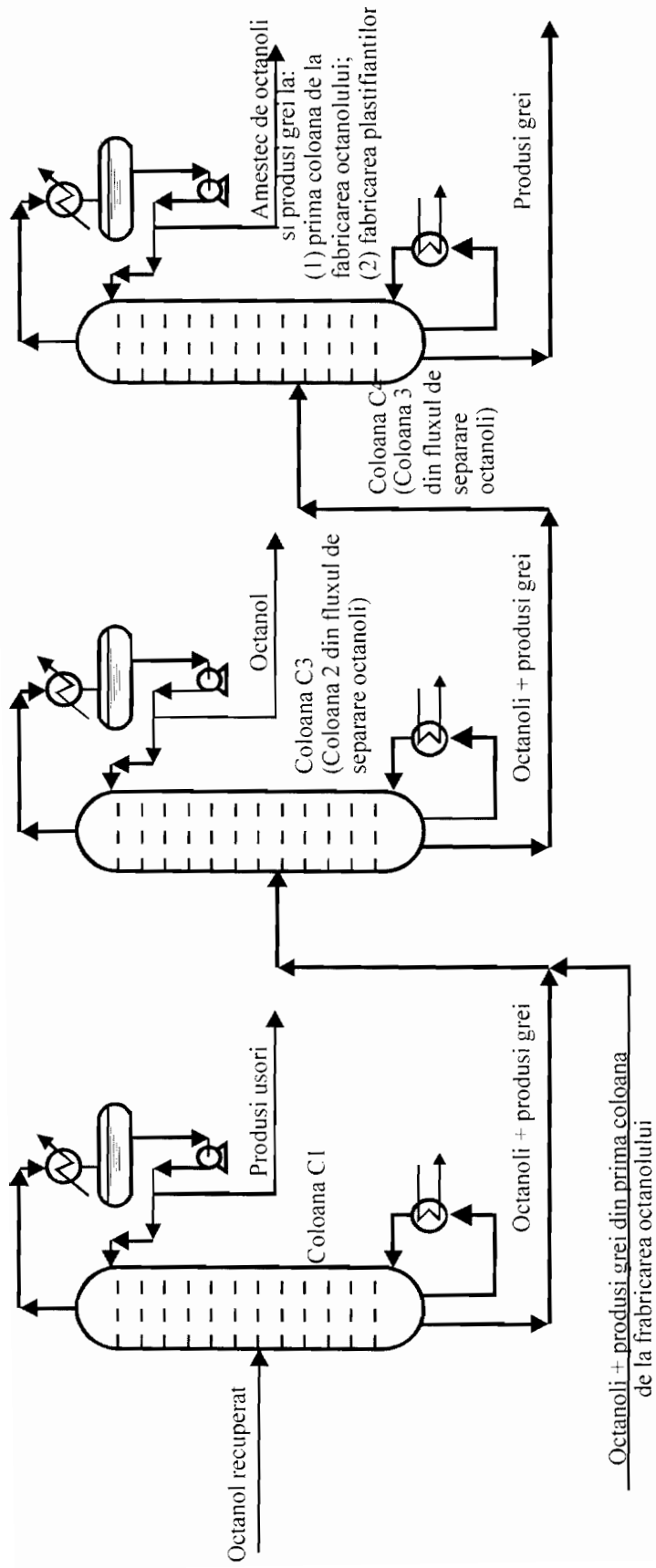


Figura 2

Octanoli + produsi grei din prima coloana de la fabricarea octanolului

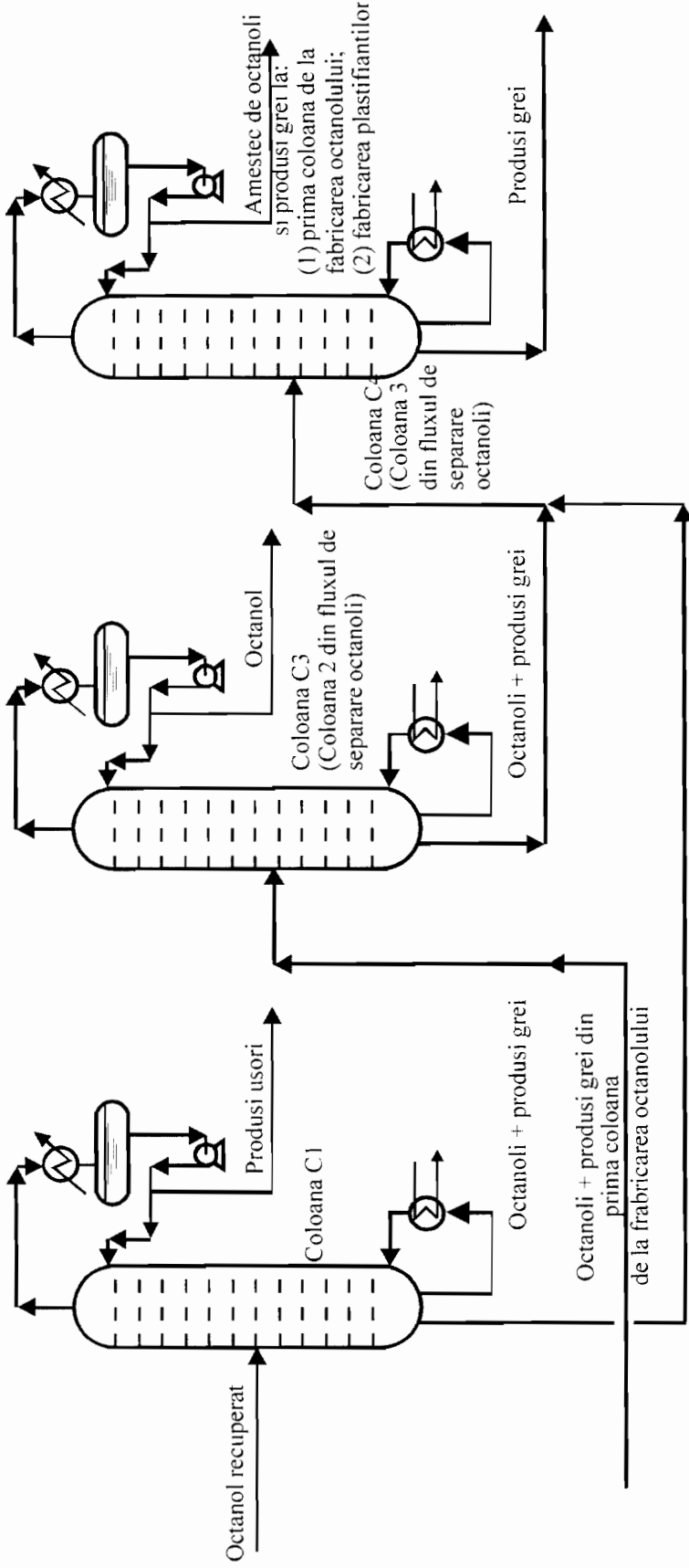


Figura 3