



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2013 00953

(22) Data de depozit: 03.12.2013

(41) Data publicării cererii:
30.10.2014 BOPI nr. 10/2014

(71) Solicitant:
• UNIVERSITATEA POLITEHNICA DIN
BUCUREȘTI- CENTRUL DE TRANSFER
TEHNOLOGIC PENTRU INDUSTRIILE DE
PROCES, STR. GH. POLIZU NR. 1,
CORP A, SALA A 056, SECTOR 1,
BUCUREȘTI, B, RO

(72) Inventatori:
• PLEȘU VALENTIN, BD. ION MIHALACHE
NR. 62, BL. 40, SC. C, ET. III, AP. 70,
SECTOR 1, BUCUREȘTI, B, RO;
• STEPAN EMIL, BD. TIMIȘOARA NR. 49,
BL. CC6, SC.A, ET.3, AP.12, SECTOR 6,
BUCUREȘTI, B, RO;
• IANCU PETRICA, STR. PANDURI NR. 1,
BL. 2E1, ET. III, AP. 10, PLOIEȘTI, PH, RO

(54) **PROCEDEU ÎN FLUX CONTINUU PENTRU OBTINEREA 1,
2-O-IZOPROPILIDEN-GLICEROLULUI**

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de obținere a 1,2-O-izopropiliden-glicerolului utilizat ca solvent ecologic sau aditiv pentru carburanți. Procedeu conform invenției constă din condensarea unui amestec format din 1,2-O-izopropiliden-glicerol și acetonă, în prezență de rășini schimbătoare de ioni puternic acide, într-o primă zonă de reacție, apa rezultată se separă de acetonă într-o primă zonă de rectificare, după care masa de reacție, după un timp de staționare de 3 h, este transferată într-o a doua zonă de reacție, în continuare apa

rezultată se separă de acetonă într-o a doua zonă de rectificare, cu recircularea acetonei în zonele de reacție, masa de reacție, după un timp de staționare de 3 h, trece într-o a treia zonă de rectificare, unde se separă 1,2-O-izopropiliden-glicerolul brut, având o concentrație de minimum 95%, care se utilizează ca atare sau se supune distilării, pentru o purificare suplimentară.

Revendicări: 1
Figuri: 1



u 2013 00953
0.3-12-2013

21

PROCEDEU IN FLUX CONTINUU PENTRU OBTINEREA 1,2-O-IZOPROPILIDEN-GLICEROLULUI

Inventia se refera la un procedeu in flux continuu pentru obtinerea 1,2-O-izopropiliden-glicerolului (2,2-dimetil-1,3-dioxolan-metanolului). 1,2-O-izopropiliden-glicerolul se utilizeaza ca solvent ecologic sau ca aditiv pentru carburanti.

Sunt cunoscute numeroase procedee de obtinere a 1,2-O-izopropiliden-glicerolului prin condensarea glicerolului cu acetona in prezenta unor catalizatori acizi.

Conform unui astfel de procedeu, se prepara acetali sau cetali ciclici prin reactia unui polioliol printre care si glicerina, cu o aldehida sau cetona cu 1 – 6 atomi de carbon, printre care si acetone, in prezenta unui catalizator acid. In timpul procesului, o parte din aldehida sau cetona se indeparteaza prin distilare fiind inlocuita cu aldehida sau cetona proaspata cu un continut de apa mai mic de 1%. Se utilizeaza un exces mare de 2 – 30 moli aldehida sau cetona pentru un mol de polioliol. Conform exemplului unic de realizare al inventiei se trateaza glicerina cu acetone la un raport molar de 1:4, in prezenta acidului p-toluensulfonic monohidrat. Amestecul se refluxeaza 30 minute dupa care se indeparteaza prin distilare acetona si apa de reactie. Se mentine nivelul de lichid constant in reactor prin alimentare continua cu acetona, timp de 12 ore. La final se indeparteaza acetona prin distilare obtinandu-se cetalul cu un randament de 99,5% [brevet american **US 5.917.059**]

Procedeu prezinta dezavantaje legate de consumul foarte mare de acetona, care dupa indepartare din distilare contine apa de reactie iar dehidratarea acesteia presupune consumuri energetice foarte mari.

Un alt procedeu se refera la obtinerea a doua clase de biocarburanti din uleiuri vegetale. Initial s-a preparat biodiesel prin transesterificarea trigliceridelor acizilor grasi, iar glicerina bruta rezultata ca produs secundar s-a valorificat la obtinerea de acetali/cetali. Astfel glicerina bruta a fost tratata cu acetona la un raport molar de 1:1,2 intr-un reactor cu pat fix format din catalizator de tip Amberlyst 15. Reactia s-a desfasurat la temperatura 80°C si presiunea de 5 bar. Dupa 30 minute, se depresurizeaza brusc reactorul si se indeparteaza excesul de acetona si apa de reactie. Masa de reactie a fost transvazata in al doilea reactor identic cu primul, alimentat cu acetona la un raport masic acetona / efluent din primul reactor de 50 /100. Reactia s-a desfasurat in aceleasi conditii ca in primul reactor. S-a obtinut un produs solubil in biodiesel la raportul biodiesel : acetal = 87:13 [brevet francez **FR 2.866.654**]

Procedeu prezinta dezavantaje legate de necesitatea unor investitii costisitoare, datorita efectuarii reactiilor la presiuni supraatmosferice (5 bar).

Problema tehnica pe care urmareste sa o rezolve inventia este obtinerea in flux continuu a 1,2-O-izopropiliden-glicerolului, in vederea utilizarii ca solvent ecologic sau aditiv pentru biocarburanti.

Procedeul conform inventiei inlatura dezavantajele mentionate anterior prin aceea ca, se introduc in reactoarele de condensare (R1) si (R2) rasina schimbatoare de ioni puternic acida de tip PUROLITE CT 175 si un amestec initial, format din 1,2-O-izopropiliden-glicerol si acetona, in raport volumetric de 7:3, pana cand apare lichid in lanterna (L) de pe prea-plinul reactorului (R2), se porneste agitarea si incalzirea cu abur in mantalele celor doua reactoare (R1) si (R2), se regleaza debitul de agent termic din mantaua reactorului (R1) astfel incat sa se mentina temperatura in varful coloanei (CR1) la valoarea de $57 \pm 0,2^{\circ}\text{C}$, se regleaza ratia de reflux la valoarea de 3:1, se regleaza debitul de agent termic din mantaua reactorului (R2) astfel incat sa se mentina temperatura in varful coloanei (CR2) la valoarea de $56,7 \pm 0,2^{\circ}\text{C}$, se regleaza ratia de reflux la valoarea de 3:1, se introduce cu ajutorul pompei dozatoare (PD1) acetona in instalatie pana la completare, cand apare lichid in lanterna (L), de pe racordul de prea-plin al reactorului (R2), se pornesc simultan pompele dozatoare (PD1) si (PD2), care introduc continuu in reactorul (R1) acetona si respectiv glicerina in raport stoechiometric, vaporii de apa rezultati din reactia glicerinei cu acetona impreuna cu vaporii de acetona intra in coloana de rectificare (CR1), apa se separa la partea inferioara, de acetona care dupa condensare se reintroduce in reactorul (R1), masa de reactie dupa un timp mediu de stationare de cca 3 ore, trece din reactorul (R1) prin racordul de prea-plin al acestuia in reactorul (R2), vaporii de apa rezultati din reactie impreuna cu vaporii de acetona intra in coloana de rectificare (CR2), apa se separa la partea inferioara, de acetona care dupa condensare se reintroduce in reactorul (R2), masa de reactie dupa un timp mediu de stationare de cca 3 ore, trece in cadere libera din reactorul (R2) prin racordul de prea-plin al acestuia in coloana de rectificare (CR3), unde se separa vaporii de acetona de izopropiliden-glicerolul brut, condensul de acetona se introduce in reactorul (R2), izopropiliden-glicerolul brut este evacuat pe la partea inferioara a coloanei (CR3), urmand a fi utilizat ca atare, deoarece are o concentratie $> 95\%$, sau dupa o purificare suplimentara prin distilare, cand reziduul rezultat se recircula in proces.

Inventia prezinta urmatoarele avantaje:

- conducerea procesului in flux continuu, confera siguranta in exploatare, productivitate sporita, posibilitatea automatizarii operatiilor, minimizarea pierderilor de materii prime, materiale si de energie, cu implicatii pozitive asupra protectiei mediului inconjurator si o calitate constanta a produsului

- asigura consumuri energetice reduse, prin conducerea operatiilor tehnologice la presiune atmosferica, temperaturi mai mici de 60°C si vehicularea unui exces mic de acetona.
- nu necesita investitii costisitoare, datorita lucrului la presiune atmosferica, si la temperaturi relativ scazute

In figura alaturata, se prezinta Schema flux a procedului de obtinere a 1,2-O-izopropiliden-glicerolului, a carei descriere se realizeaza in cadrul exemplului urmator.

Se da in continuare un exemplu de realizare a inventiei:

EXEMPLU

Se introduc prin gurile de vizitare cate 40 kg rasina schimbatoare de ioni puternic acida de tip PUROLITE CT 175, in reactoarele de condensare R1 si R2, fiecare avand o capacitate de 3 m³. Se introduc in fiecare dintre reactoarele R1 si R2 cca. 3 m³ un amestec initial, format din 1,2-O-izopropiliden-glicerol si acetona, in raport volumetric de 7:3 (pana cand apare lichid in lanterna L de pe prea-plinul reactorului R2). Se porneste agitarea si incalzirea cu abur in mantalele celor doua reactoare R1 si R2. Se regleaza debitul de agent termic (abur) in mantaua reactorului R1 astfel incat sa se mentina temperatura in varful coloanei TR1 = 57±0,2°C si debitul QR2 = 200±20 l/h. Se regleaza ratia de reflux QR1:QR2 = 3:1. Se regleaza debitul de agent termic (abur) in mantaua reactorului R2 astfel incat sa se mentina temperatura in varful coloanei TR2 = 56,7±0,2°C. Se regleaza ratia de reflux QR3:QR4 = 3:1. Se introduce cu ajutorul pompei dozatoare PD1 acetona in instalatie pana la completare (apare lichid in lanterna L, de pe racordul de prea-plin al reactorului R2. Se pornesc simultan pompele dozatoare PD1 si PD2, care introduc in reactorul R1 acetona cu un debit de 502 l/h (396,6 kg/h) respectiv glicerina cu un debit de 498 l/h (627,5 kg/h). Vaporii de apa rezultati din reactia glicerinei cu acetona impreuna cu vaporii de acetona intra in coloana de rectificare CR1. Apa se separa la partea inferioara, de acetona care dupa condensare se reintroduce in reactorul R1. Masa de reactie dupa un timp mediu de stationare de cca 3 ore, trece din reactorul R1 prin racordul de prea-plin al acestuia in reactorul R2. Vaporii de apa rezultati din reactie impreuna cu vaporii de acetona intra in coloana de rectificare CR2. Apa se separa la partea inferioara, de acetona care dupa condensare se reintroduce in reactorul R2. Masa de reactie dupa un timp mediu de stationare de cca 3 ore, trece in cadere libera din reactorul R2 prin racordul de prea-plin al acestuia in coloana de rectificare CR3, unde se separa vaporii de acetona de izopropiliden-glicerolul brut. Condensul de acetona se introduce in reactorul (R2). Racordurile de prea-plin ale reactoarelor R1 si R2 sunt prevazute cu site care impiedica iesirea catalizatorului. Izopropiliden-glicerolul brut cu un debit de cca. 840 l/h este evacuat pe la partea inferioara a coloanei CR3. Produsul brut se

poate utiliza ca atare, avand o concentratie > 95% sau se poate purifica prin distilare (p.f. = 188-189°C/760 mm Hg). Reziduul de la distilare e in cantitate redusa si se poate recircula in proces.

Revendicari

1. Procedeu in flux continuu pentru obtinerea 1,2-O-izopropiliden-glicerolului prin condensarea acetonei cu glicerol in cataliza acida, **caracterizat prin aceea ca** se introduc in reactoarele de condensare (R1) si (R2) rasina schimbatoare de ioni puternic acida de tip PUROLITE CT 175 si un amestec initial, format din 1,2-O-izopropiliden-glicerol si acetona, in raport volumetric de 7:3, pana cand apare lichid in lanterna (L) de pe prea-plinul reactorului (R2), se porneste agitarea si incalzirea cu abur in mantalele celor doua reactoare (R1) si (R2), se regleaza debitul de agent termic din mantaua reactorului (R1) astfel incat sa se mentina temperatura in varful coloanei (CR1) la valoarea de $57\pm 0,2^{\circ}\text{C}$, se regleaza ratia de reflux la valoarea de 3:1, se regleaza debitul de agent termic din mantaua reactorului (R2) astfel incat sa se mentina temperatura in varful coloanei (CR2) la valoarea de $56,7\pm 0,2^{\circ}\text{C}$, se regleaza ratia de reflux la valoarea de 3:1, se introduce cu ajutorul pompei dozatoare (PD1) acetona in instalatie pana la completare, cand apare lichid in lanterna (L), de pe racordul de prea-plin al reactorului (R2), se pornesc simultan pompele dozatoare (PD1) si (PD2), care introduc continuu in reactorul (R1) acetona si respectiv glicerina in raport stoechiometric, vaporii de apa rezultati din reactia glicerinei cu acetona impreuna cu vaporii de acetona intra in coloana de rectificare (CR1), apa se separa la partea inferioara, de acetona care dupa condensare se reintroduce in reactorul (R1), masa de reactie dupa un timp mediu de stationare de cca 3 ore, trece din reactorul (R1) prin racordul de prea-plin al acestuia in reactorul (R2), vaporii de apa rezultati din reactie impreuna cu vaporii de acetona intra in coloana de rectificare (CR2), apa se separa la partea inferioara, de acetona care dupa condensare se reintroduce in reactorul (R2), masa de reactie dupa un timp mediu de stationare de cca 3 ore, trece in cadere libera din reactorul (R2) prin racordul de prea-plin al acestuia in coloana de rectificare (CR3), unde se separa vaporii de acetona de izopropiliden-glicerolul brut, condensul de acetona se introduce in reactorul (R2), izopropiliden-glicerolul brut este evacuat pe la partea inferioara a coloanei (CR3), urmand a fi utilizat ca atare, deoarece are o concentratie $> 95\%$, sau dupa o purificare suplimentara prin distilare, cand reziduul rezultat se recircula in proces.

Schema flux pentru procedeu in flux continuu de obtinere a 1,2-O-izopropiliden-glicerolului

