



(12) CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: a 2016 00492

(22) Data de depozit: 08/07/2016

(41) Data publicării cererii:  
30/01/2018 BOPI nr. 1/2018

(71) Solicitant:  
• UNIVERSITATEA PETROL - GAZE DIN  
PLOIEȘTI, BD.BUCUREȘTI NR.39,  
PLOIEȘTI, PH, 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,  
SAT TÂRGUȘORUL NOU NR. 39,  
COMUNA ARICEȘTII RAHTIVANI, PH, RO;  
• STOENESCU DAN-CRISTIAN,  
SAT TÂNTĂRENI NR. 72H,  
COMUNA BLEJOI, PH, RO

(54) **PROCEDEU DE SEPARARE ȘI RECUPERARE  
A OCTANOLILOR PRIN UTILIZAREA COLOANEI  
CU PERETE DIVIZANT**

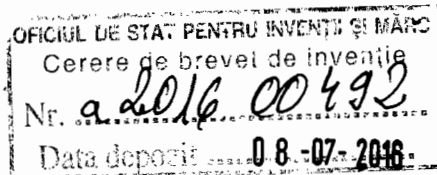
(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu de separare și recuperare a unor fracții de octanoli din efluentul de reacție de la fabricarea octanolilor prin sinteză oxo sau din fracția de octanol rezidual recuperată de la fabricarea plastifianților. Procedeu conform invenției constă în utilizarea unei coloane cu perete divizant, în care alimentarea cu efluent de reacție sau fracția de octanol rezidual este introdusă pe un taler al secțiunii de alimentare a coloanei - secțiunea din stânga peretelui

divizant, din care rezultă, la vârful coloanei, componenții mai volatili, de pe un taler din zona de culegere produs a coloanei - secțiunea din dreapta peretelui divizant, se obține octanol cu puritate peste 99,95% masă - amestec de izomeri și un reziduu la baza coloanei.

Revendicări: 1  
Figuri: 2





## PROCEDEU DE SEPARARE ȘI RECUPERARE A OCTANOLILOR PRIN UTILIZAREA COLOANEI CU PERETE DIVIZANT

Prezenta invenție se referă la un procedeu nou de separare și/sau recuperare a unor fracții de octanoli, fie din efluentul de reacție din procesul de fabricare a octanolilor prin oxo-sinteză [1, 2], fie din fracția de octanoli recuperați din procesul de fabricare a plastifianților, aplicarea acestuia conducând la reducerea costurilor de investiție și a consumului energetic. Procedeu utilizează o coloană cu perete divizant [3, 4, 5, 6].

Procedeu actual industrial de separare a octanolului (de fapt un amestec de izomeri) din efluentul de reacție din instalația oxo [1, 2] presupune separarea acestuia utilizând o succesiune de trei coloane de fracționare. Deși în mod normal separarea octanolului ar necesita doar două coloane de fracționare, procedeu existent utilizează trei coloane, ceea ce conduce la creșterea consumurilor de energie prin efectul reamestecării. Este total ineficient și greu de reglat. Pentru recuperarea octanolului din fracția de octanoli recuperați de la fabricarea plastifianților există un procedeu mai vechi [7] precum și o cerere de brevet, A 2011 00081 [8]. De fapt procedeu prezentat în [7] este greșit conceptual și susținem că nu poate fi utilizat la separarea octanolilor.

Problema principală în ceea ce privește separarea acestui amestec este compoziția materiei prime. Au fost identificați peste 60 de compuși diferiți iar datele de echilibru lichid-vapori existente în literatură sunt extrem de reduse. Dintre aceștia menționăm numai compușii identificabili în mod curent: alcool izopropilic, N butiraldehida, i-butanol, n-butanol, 3 metilen heptan, 3 metil 1 heptena, 3 metil 2 heptena, 3 metil 3 heptena, 3 metilen 3 heptena, 2 octena, 2 metil 3 hexanona, 4 heptanona, 3 heptanona, 3 metil 4 heptanona, 2 metil 2hepten-4ona, 2 etil hexanal, 2 etil 4 metil pentanol, 2 etil hexanol, 1,2,3 trimetil ciclopentan, 4,5 dietil 3,5 octadiena, izobutoxi 2etil hexan, 1 butoxi 2 etil hexan, ester 2 etil hexilic al acidului cloracetic, ester 2 etil hexilic al acidului izobutanoic, anhidridă ftalică, ester 2 etil hexilic al acidului n-butanoic, ftalida, 5,6 dipropil decan, 2 etil hexil 2 etilhexanoat, ester 2 etilhexilic al acidului benzoic, 2 iod 6 metil heptan, dibutilftalat, ester butil 2 etil hexilic al acidului ftalic, izo DOF, DOF, 2 etil 4 metil pentanol, 2 etil hexanol, 2,2,4 trimetil 1,3 pentandiol, 2,2,4 trimetil 1,3 pentandiol, 2 etil 1,3 hexandiol, Izomer 2 etil 1,3 hexandiol, izomer 2 etil 1,3 hexandiol, 3 butil 3 octen

2-ona, ester 2 etil hexilic al ac. butiric, ester 2 etil hexilic al acidului butiric, ester butilic al acidului butanoic, ester hexilic al acidului butanoic, ester butilic al acidului butanoic, ester octilic al acidului butanoic, ester butilic al acidului butanoic, 5,6 dipropil decan, ester decilic al acidului butanoic, 2 etil 3hidroxi hexil 2 metil propanoat, 2etil hexil 2etil hexanoat, 6,6 dimetil undecan, N octil izobutirat, 2,6 dimetil octan, 2,5 heptadecadiona.

Unii dintre compușii prezenți chiar în cantitate mică influențează în mod decisiv calitatea produsului final. Acest lucru se întâmplă în special la procesul de recuperare a octanolilor din fracția de octanoli recuperată de la fabricarea plastifianților. Este vorba de compușii nesaturați care influențează apreciabil culoarea plastifianților, chiar dacă sunt prezenți în proporții mici. Obținerea unui produs final având o proporție maximă de 0.020 – 0.025% masă din acești compuși nedorți este dificilă și este probabil cauza utilizării a trei coloane de fracționare în procedeul actual. O altă dificultate în separare este incompatibilitatea unor componente care s-ar putea găsi în produsele finale ale celor două instalații, mai ales în ceea ce privește fracțiile ușoare. Deși la prima vedere procesul de separare este unul clasic, convențional, dificultățile induse de prezența compușilor nedorți complică mult separarea. Obținerea specificațiilor de calitate, primordială, se face cu sacrificarea țintelor de consum energetic redus.

În ultimii 30 de ani o străpungere tehnologică importantă în ingineria proceselor de separare au constituit-o sistemele complexe de fracționare și în special coloana cu perete divizant [4, 5, 6]. Prin utilizarea coloanelor cu perete divizant se aduc importante reduceri de cheltuieli de investiție și de operare. În mod normal separarea amestecurilor în scopul obținerii a trei produse se face utilizând două coloane de fracționare. Utilizarea coloanelor Petlyk de tipul II și a coloanelor cu perete divizant se face utilizând fie două coloane mai mici, fie o singură coloană care, chiar dacă este mai mare decât fiecare din cele două coloane simple, are un cost de investiție cu cel puțin 30% mai mic prin reducerea cantității totale de metal, reducerea numărului de condensatoare și reținerbătoare. Costurile de operare suferă reduceri substanțiale de cel puțin 30% prin îmbunătățirea eficienței termice a procesului de fracționare.

Problema tehnică pe care o rezolvă invenția este separarea octanolului (amestec de izomeri) fie (1) din efluentul de reacție de la instalația de fabricare octanol prin sinteză oxo, fie (2) din fracția de octanoli reziduală de la fabricarea plastifianților, separare care

utilizează o coloană cu perete divizant caracterizată prin aceea ca alimentarea este introdusă pe un taler al secțiunii de alimentare a coloanei cu perete divizant (secțiunea din stânga peretelui divizant), la vârful coloanei obținându-se componenții mai ușori decât octanolul fază lichid, produsul final octanolul de mare puritate (amestec de izomeri), peste 99.95% masă, se obține de pe un taler din zona de culegere produs a coloanei cu perete divizant (secțiunea din dreapta peretelui divizant), iar reziduul se obține la baza coloanei.

Avantajele prezentei invenții sunt următoarele:

- fluxurile interne din coloana de fracționare sunt separate în cele două secțiuni;
- secțiunea din stânga, funcționând ca o coloană de prefracționare, are rolul de a face o separare brută între componenții ușori și cei grei din amestecul de alimentare;
- secțiunea din dreapta funcționează ca o coloană de purificare; fluxurile din secțiunea din dreapta au concentrații ridicate în octanol;
- efectul separării fluxurilor în cele două secțiuni este reducerea considerabilă a efortului de separare, prin reducerea reamestecărilor din coloană;
- efectul global este reducerea substanțială a consumului de abur din baza coloanei cu cel puțin 30%;
- costurile de investiție sunt reduse cu cel puțin 30%.

Se dau două exemple de aplicare a invenției și în legătură cu figurile 1 și 2 care reprezintă (1) schema noului procedeu de separare a octanolului și (2) schema noului procedeu de recuperare a octanolului din fracția de octanoli de la fabricarea plastifiantilor.



### Exemplu 1 de aplicare

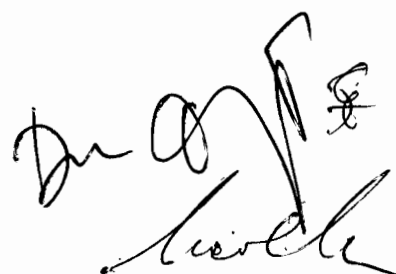
Figura 1 prezintă coloana de separare octanol de mare puritate prevăzută cu perete divizant, materia primă constituind-o efluentul de reacție de la fabricarea octanolului prin sinteza oxo.

Materia primă, constituită din efluentul produs de reacție, este împinsă cu pompa P1 și alimentează coloana cu perete divizant C1 (pe un taler al secțiunii din stânga peretelui divizant). La vârful coloanei, după condensare în condensatorul C1 și separare în separatorul V2, se obține un flux format din componenții mai volatili (mai ușori decât octanolul) din care o parte se dă ca reflux cu o rație variabilă impusă de puritatea dorită, de obicei 1.2 - 10:1, împins cu pompa P2 la vârful coloanei, iar restul constituind produsul de vârf al coloanei împins cu pompa P2. Produsul final, octanolul de mare puritate (peste 99.95% masă) se obține în fază lichidă de pe un taler din zona de culegere produs a coloanei cu perete divizant (secțiunea din dreapta peretelui divizant, vezi figura 1) și este împins cu pompa P3 la depozit după o eventuală răcire, iar reziduul se obține la baza coloanei care este prevăzută cu rețierătorul R1.

### Exemplu 2 de aplicare

Figura 2 prezintă coloana de recuperare a octanolului, de mare puritate, din fluxul de octanol rezidual de la fabricarea plastifianților, coloană prevăzută cu perete divizant.

Materia primă constituită din fracția de octanol rezidual de la fabricarea plastifianților este împinsă cu pompa P1 și alimentează coloana cu perete divizant C1 (pe un taler al secțiunii din stânga peretelui divizant). La vârful coloanei, după condensare în condensatorul C1 și separare în separatorul V2, se obține un flux format din componenții mai volatili (mai ușori decât octanolul) din care o parte se dă ca reflux cu o rație variabilă impusă de puritatea dorită, de obicei 1.2 - 10:1, împins cu pompa P2 la vârful coloanei, iar restul constituind produsul de vârf al coloanei împins cu pompa P2. Produsul final, octanolul de mare puritate (peste 99.95% masă) se obține în fază lichidă de pe un taler din zona de culegere produs a coloanei cu perete divizant (secțiunea din dreapta peretelui divizant, vezi figura 1) și este împins cu pompa P3 la depozit după o eventuală răcire, iar reziduul se obține la baza coloanei care este prevăzută cu refierbătorul R1.



**BIBLIOGRAFIE**

1. Măcriș, V., Ingineria derivaților etilenei și propilenei. Derivații propilenei, vol.2, Editura tehnică, București, 1997.
2. Velea, I., Ivănuș, Gh., Monomeri de sinteză, vol.2, Editura tehnică, București, 1990.
3. Strătuță, C., Fraționarea - principii și metode de calcul, Editura tehnică, București, 1986, pag. 55...59 și 85...88.
4. Z. Olujić, H. Jansen, B. Kaibel, Dividing Wall Column. A Distillation Process Intensification Success Story – What next?, JICEC05, Jordan International Chemical Engineering Conference V ,12-14 September 2005, Amman, Jordan.
5. Igor Dejanović, Ljubica Matijašević, Žarko Olujić, Dividing wall column application for platformate splitter – A case study, 20<sup>th</sup> European Symposium on Computer Aided Process Engineering – ESCAPE20.
6. Anton A. Kiss, David J.-P.C. Suszwalak, Enhanced bioethanol dehydration by extractive and azeotropic distillation in dividing-wall columns, Separation and Purification Technology 86 (2012) 70–78.
7. Zhuravlev E.N., Alyabev A.S., The recycled alcohols purification of dioctyl phthalate production of JSC “Salavatnefteorgsintez”, Oil and Gas Business, 2010 <http://www.ogbus.ru/eng/>.
8. Cerere de brevet A 2011 00081

## REVENDICARE

Procedeu de separarea octanolului (amestec de izomeri) fie (1) din efluentul de reacție de la instalația de fabricare octanol prin sinteză oxo, fie (2) din fracția de octanoli reziduală de la fabricarea plastifianților, separare care utilizează o coloană cu perete divizant, caracterizată prin aceea ca alimentarea este introdusă pe un taler al secțiunii de alimentare a coloanei cu perete divizant (secțiunea din stânga peretelui divizant), la vârful coloanei obținându-se componentii mai ușori decât octanolul fază lichid, produsul final octanolul de mare puritate (amestec de izomeri), peste 99.95% masă, se obține de pe un taler din zona de culegere produs a coloanei cu perete divizant (secțiunea din dreapta peretelui divizant), iar reziduul se obține la baza coloanei.





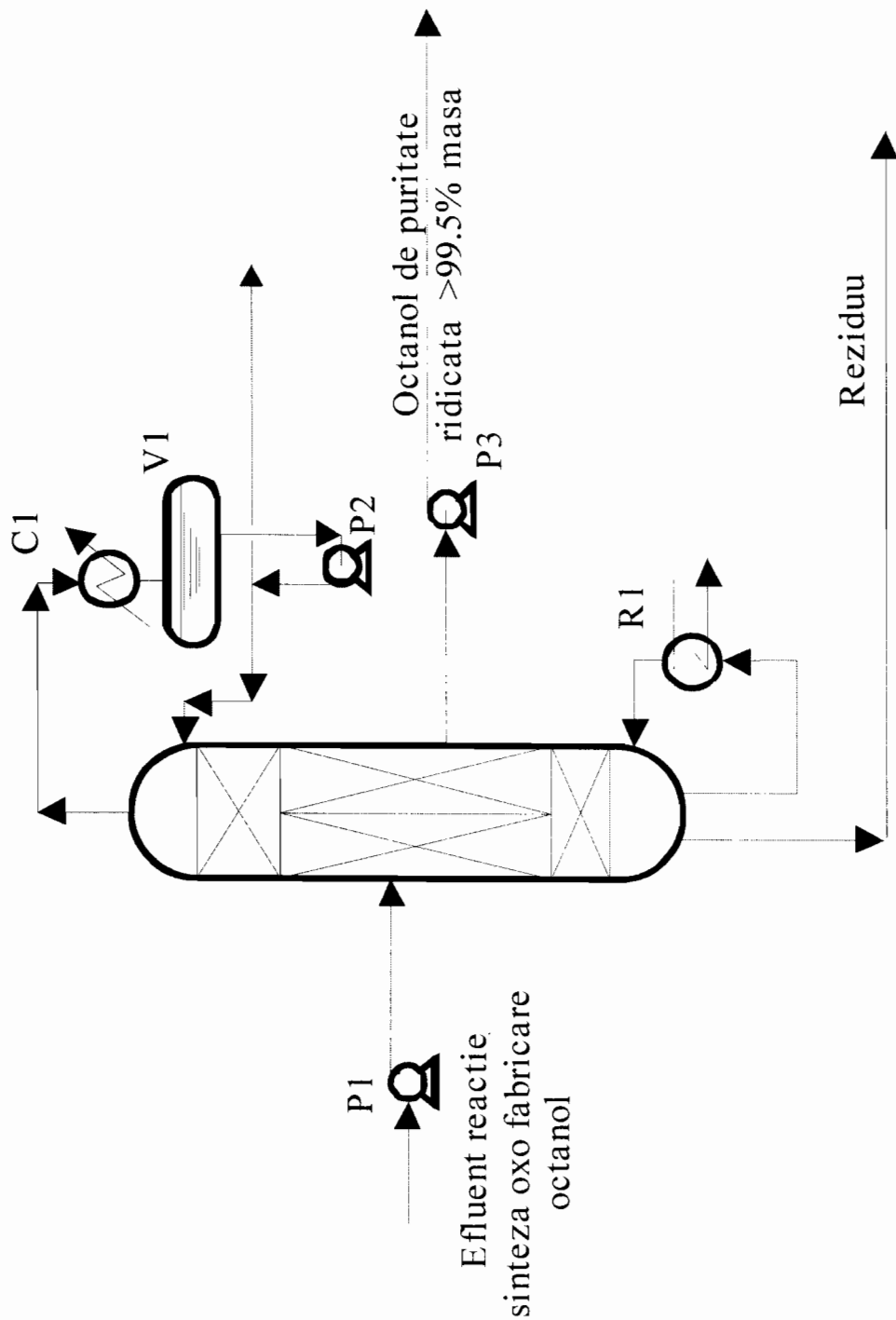


Figura 1 Schema instalației industriale cu coloană cu perete divizant utilizată la separarea octanolului de mare puritate având ca materie primă efluentul de reacție de la fabricarea octanolului prin procesul oxo

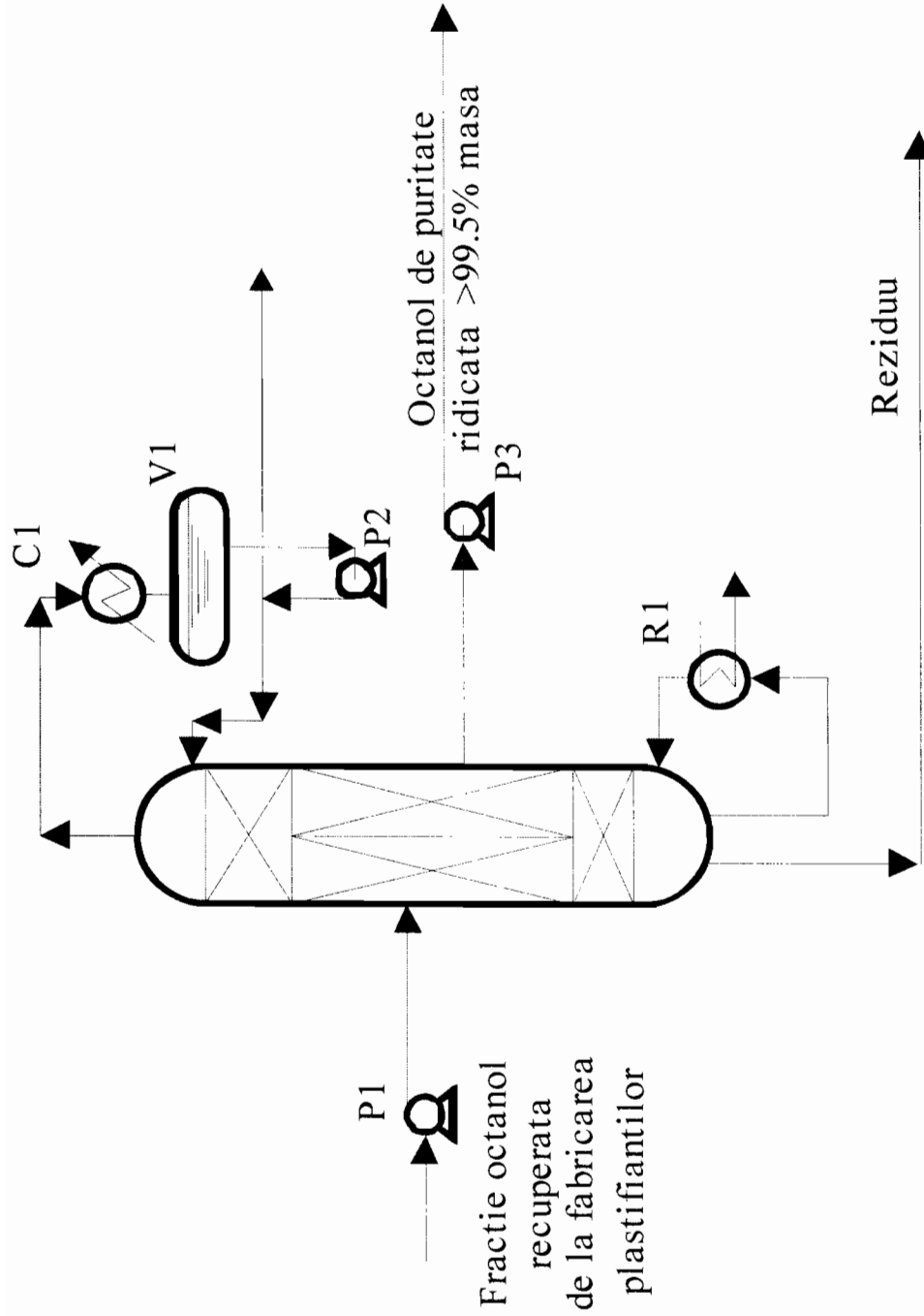


Figura 2 Schema instalației industriale cu coloană cu perete divizant utilizată la separarea octanolului de mare puritate având ca materie primă fracția de octanol rezidual de la fabricarea plastifiantilor