



(12)

CERERE DE BREVET DE INVENȚIE

(21) Nr. cerere: **a 2017 00469**

(22) Data de depozit: **11/07/2017**

(41) Data publicării cererii:
30/01/2019 BOPI nr. **1/2019**

(71) Solicitant:
• UNIVERSITATEA PETROL-GAZE DIN
PLOIEȘTI, BD. BUCUREȘTI NR. 39,
PLOIEȘTI, PH, RO

(72) Inventatorii:
• OPREA FLORIN, STR.DOMNIȘORI NR.11,
BL.12D, SC.A, AP.14, PLOIEȘTI, PH, RO;

• FENDU ELENA MIRELA, STR. VORNICEI
NR. 4, PARTER, AP. 2, PLOIEȘTI, PH, RO;
• NICOLAE MARILENA,
SAT TÂRGUŞORUL NOU NR. 39,
COMUNA ARICEȘTII RAHTIVANI, PH, RO;
• SPINU DUMITRĂ, RAIONUL SÎNGEREI,
COMUNA DUMBRĂVIȚA, MD

(54) PROCES PENTRU SEPARAREA ȘI PURIFICAREA CLORURII DE VINIL PRIN UTILIZAREA COLOANEI CU PEREȚE DIVIZANT

(57) Rezumat:

Invenția se referă la un procedeu pentru separarea și purificarea clorurii de vinil rezultate prin procesul de obținere prin oxiclorurare. Procedeul, conform inventiei, constă în aceea că alimentarea constând din efluentul de reacție de la fabricarea clorurii de vinil prin oxiclorurare este separată într-un flux de vaporii și un flux de lichid, fiind introduse pe două talere ale secțiunii de alimentare ale unei coloane cu perete divizant,

secțiunea din stânga, la vârful coloanei rezultând compoziții volatili în faza de vaporii, clorura de vinil de înaltă puritate rezultând pe un taler din secțiunea din dreapta a peretelui divizant și reziduul la baza coloanei.

Revendicări: 1

Figuri: 3

Cu începere de la data publicării cererii de brevet, cererea asigură, în mod provizoriu, solicitantului, protecția conferită potrivit dispozițiilor art.32 din Legea nr.64/1991, cu excepția cazurilor în care cererea de brevet de inventie a fost respinsă, retrasă sau considerată ca fiind retrasă. Întinderea protecției conferite de cererea de brevet de inventie este determinată de revendicările conținute în cererea publicată în conformitate cu art.23 alin.(1) - (3).



80

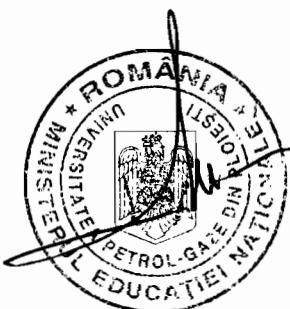
OFICIUL DE STAT PENTRU INVENȚII ȘI MĂRCHI
Cerere de brevet de inventie
Nr. a 2017 00469
Data depozit 11 -07- 2017

PROCES PENTRU SEPARAREA ȘI PURIFICAREA CLORURII DE VINIL PRIN UTILIZAREA COLOANEI CU PERETE DIVIZANT

Prezenta inventie se referă la un procedeu nou de separare și/sau purificare a clorurii de vinil [1] așa cum rezultă aceasta din diferite procedee de obținere [2], aplicarea acestuia conducând la reducerea costurilor de investiție și a consumului energetic. Procedeul utilizează o coloană cu perete divizant [3, 4, 5, 6].

La ora actuală procedeul cel mai utilizat este oxiclorurarea etilenei. Acesta constă din clorurarea directă a etilenei cu obținerea 1,2 – dicloretanului urmată de piroliza acestuia cu obținerea clorurii de vinil. Acidul clorhidric rezultat este consumat complet în etapa de oxiclorurare a etilenei. Procesul este completat de o fază intermedieră de purificare a 1,2 – dicloretanului. La final, indiferent de procedeul utilizat, se obține un amestec extrem de complex care conține foarte mulți compoziții, amestec care constituie alimentarea fazei finale de separare și purificare a clorurii de vinil, scopul final fiind o concentrație finală de cel puțin 99.9%. Concentrația clorurii de vinil în aceste tipuri de amestecuri este în general mai mare decât 35% masă.

Problema principală în ceea ce privește separarea acestui amestec este compoziția, acest amestec fiind extrem de complex și el poate conține în diverse proporții: etilenă, clor, dicloretan, tetraclorură de carbon, cloroform, clormetan, metan, diclormetan, oxid de carbon, dioxid de carbon, tetraclor etilena, hexaclor etan, tricloretilenă, acetilenă, cis și trans-1,2-dicloretilenă, 1,1-dicloretilenă, 1,1,2,2 și 1,1,1,2-tetracloretan, clorură de vinil, 1,1,1 și 1,1,2-tricloretan, 1,1 dicloretan, clorură de diclor acetil, vinil acetilenă, clorură de etil, propadienă, cloropren, 1,3 butadienă, benzen, acid clorhidric, oxigen, azot, apă și mulți alți compoziții care nu sunt prezente în proporții semnificative pentru a influența decisiv separarea. Concentrațiile acestor compoziții depind de operarea secțiunilor instalației descrise anterior. Este important să observăm că acești compoziții, alții decât clorura de vinil, se pot grupa în două categorii: (1) compoziții mai volatili decât clorura de vinil și (2) compoziții mai puțin volatili decât clorura de vinil. Această observație plasează această instalație de separare și purificare în categoria separărilor cu trei



og *E* *Marcel*
Jean

produse. Aceste trei produse ale sistemelor de coloane sunt denumite în continuare: (1) Volatile; (2) Clorura de vinil și (3) Grele.

Practica inginerească clasică prevede că acest tip de amestec se poate separa utilizând două coloane de fracționare, fie în secvență directă (vezi figura 1), fie în secvență indirectă (vezi figura 2), total neadecvată în acest caz deoarece clorura de vinil s-ar obține ca produs de bază ceea ce ar impune o purificare suplimentară, evident cu costurile aferente. În primul caz la vârful primei coloane se separă compoziții mai volatili decât clorura de vinil, ceilalți compoziți fiind introdusi în cea de a doua coloană, produsul final, purificat fiind obținut la vârful primei coloane.

Secvența directă are o serie de neajunsuri legate atât de posibilitatea condensării la vârful celor două coloane, cât și de prezența compozițiilor volatili în clorura de vinil produs final, ultimele cerințe impunând un conținut extrem de redus de volatile.

Din acest motiv s-a recurs la o schemă alternativă pentru cea de a doua coloană de fracționare, soluție prevăzută în [7] (vezi figura 3). Această soluție conduce la realizarea condiției de puritate prin extragerea clorurii de vinil de pe un taler lateral și utilizarea unei stripări suplimentare, dar are dezavantajul unor costuri ridicate. Funcționarea coloanei de separare/purificare poate fi îmbunătățită prin divizarea alimentării în două faze, una vaporii și celalătă lichid, introduse pe talere diferite (faza vaporii pe un taler mai apropiat de vârful coloanei decât cea lichidă, rezultând o reducere a costurilor prin creșterea eficienței de separare a coloanei de fracționare).

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 Petlyuk 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



gf *Ex* *mele*
Yezur

refierbătoare. 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 și/sau purificarea clorurii de vinil dintr-un amestec complex rezultat la obținerea clorurii de vinil prin clorurare directă, separare care utilizează o coloană cu perete divizant caracterizată prin aceea că 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 compoziții mai ușori decât clorura de vinil în fază vaporii, produsul final clorura de vinil de mare puritate, peste 99.9% 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 (vezi figura 4).

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 compoziții 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 clorură de vinil;
- efectul separării fluxurilor în cele două secțiuni este reducerea considerabilă a efortului de separare, prin reducerea reamestecărilor din coloană;
- coloana este alimentată cu două fluxuri care provind din materia primă a instalației prin utilizarea unei vaporizări parțiale: un flux de vaporii și un flux de lichid, fluxul de vaporii fiind alimentat pe un taler plasat deasupra talerului de alimentare cu fluxul de lichid;
- 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 dă un exemplu de aplicare a invenției și în legătură cu figura 4.



Exemplu de aplicare

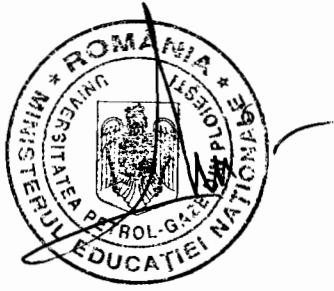
Figura 4 prezintă coloana de separare/purificare a clorurii de vinil de mare puritate prevăzută cu perete divizant, materia primă constituind-o efluental de reacție de la fabricarea clorurii de vinil prin oxiclorurare sau fluxul rezultat din prima coloană de separare.

Materia primă, constituită din efluental produs de reacție este separată prin vaporizare parțială în două fluxuri (vapori și lichid). Ambele fluxuri reprezintă alimentarea coloanei de separare/purificare, fluxul de vapori alimentând coloana pe un taler aflat deasupra talerului de alimentare a fazei lichide, ambele alimentând secțiunea din stânga peretelui divizant. La vârful coloanei, după condensare parțială în condensatorul C și separare în separatorul V, se obține un flux de vapori format din compoziții mai volatili (mai ușori decât clorura de vinil) și un flux de lichid care reprezintă refluxul coloanei, împins cu pompa P1 la vârful coloanei. Produsul final, clorura de vinil (puritate peste 99.9% 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 4) și este împins cu pompa P2 la depozit după o eventuală răcire, iar reziduul (format din compoziții grei) se obține la baza coloanei care este prevăzută cu refierbătorul R.



BIBLIOGRAFIE

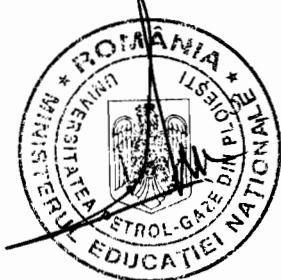
1. Măcriş, V., Ingineria derivaţilor etilenei şi propilenei. Derivaţii propilenei, vol.2, Editura tehnică, Bucureşti, 1997.
2. Velea, I., Ivănuş, Gh., Monomeri de sinteză, vol.2, Editura tehnică, Bucureşti, 1990.
3. Strătulă, C., Fracţionarea - principii şi metode de calcul, Editura tehnică, Bucureşti, 1986.
4. Z. Olujic, 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 Olujic, Dividing wall column application for platformate splitter – A case study, 20th European Symposium on Computer Aided Process Engineering – ESCAPE20.
6. Anton A. Kiss – Advanced Distillation Technology, John Wiley and Sons Ltd, Chichester, 2013.
7. Stratulă, C., Oprea, F., ş.a., Procedeu de separare a clorurii devinil de 1,2 dicloretan, Brevet de invenție RO 121593 B1, OSIM, 2004.



[Handwritten signatures and initials follow, including 'G. Popescu', 'T. Ionescu', and 'M. Mihai' in cursive script.]

REVENDICARE

Procedeu de separare și purificare a clorurii de vinil rezultată din procesul de fabricare a clorurii de vinil prin oxiclorurare caracterizat prin aceea că utilizează o coloană cu perete divizant având alimentarea divizată prin vaporizare parțială în două faze, una vaporii, cealaltă lichid, ambele faze fiind introduse pe talere diferite ale secțiunii de alimentare a coloanei cu perete divizant (secțiunea din stânga peretelui divizant), talerul de introducere a fazei vaporii fiind plasat mai sus decât talerul de introducere a fazei lichid, la vârful coloanei obținându-se compoziții mai ușori decât clorura de vinil în fază vaporii, produsul final clorura de vinil de mare puritate, peste 99.95% masă, obținându-se de pe un taler din zona de culegere produs a coloanei cu perete divizant (secțiunea din dreapta peretelui divizant), iar rezidiul se obține la baza coloanei.



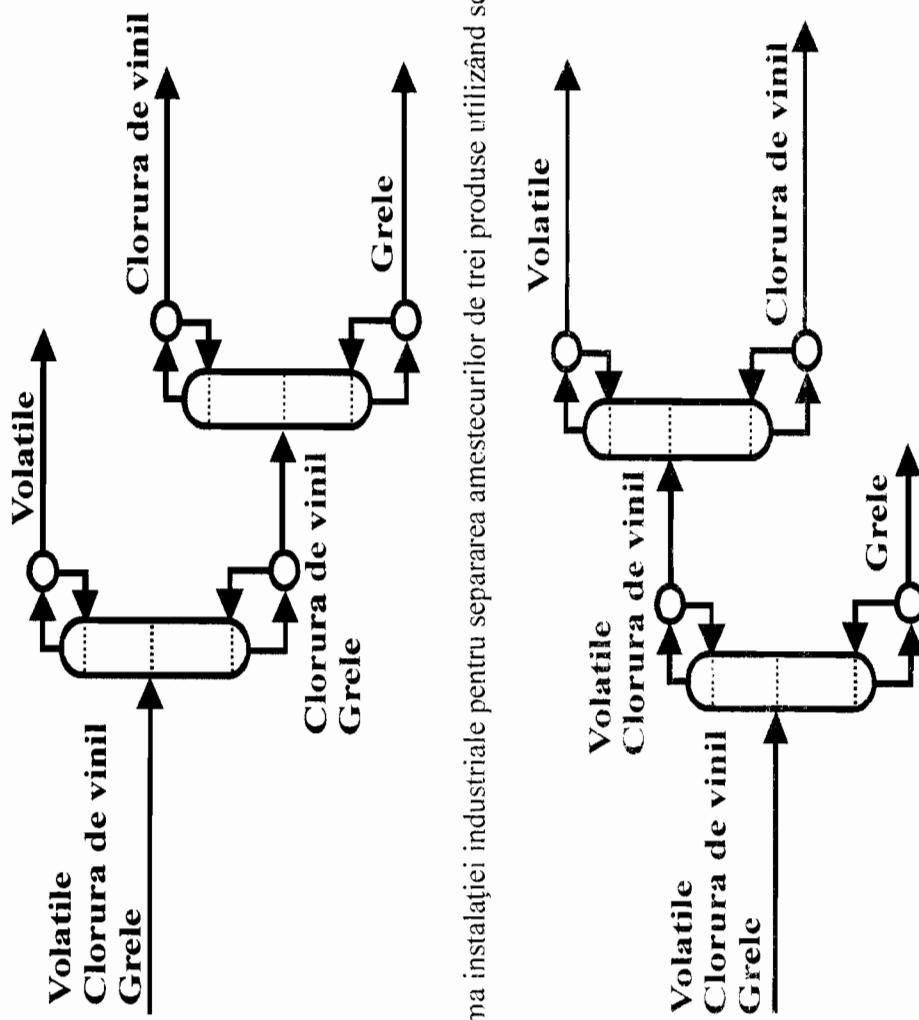
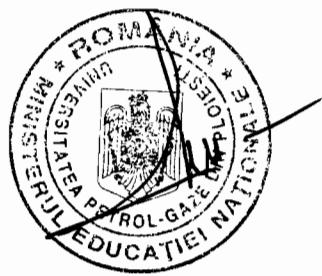


Figura 1 Schema instalației industriale pentru separarea amestecurilor de trei produse utilizând schema directă

Figura 2 Schema instalației industriale pentru separarea amestecurilor de trei produse utilizând schema indirectă



*D. R. Mihai
G. Gheorghiu*

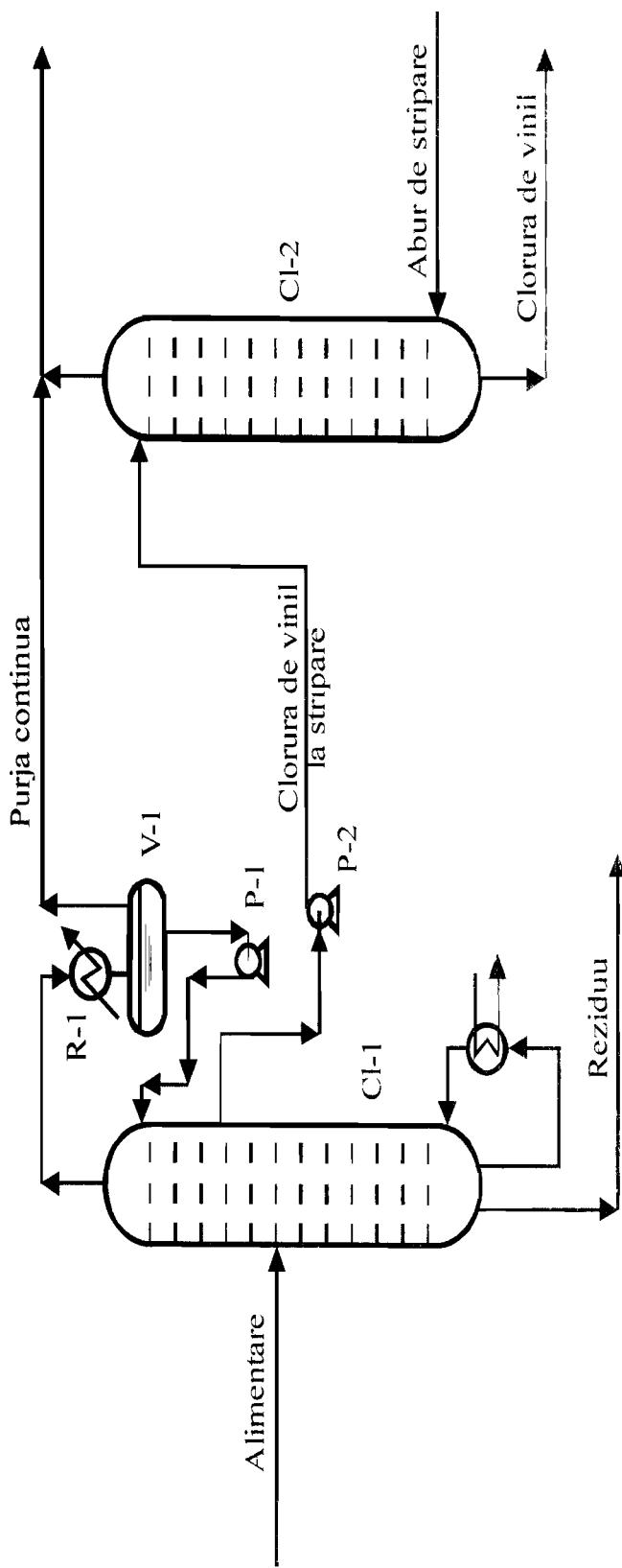
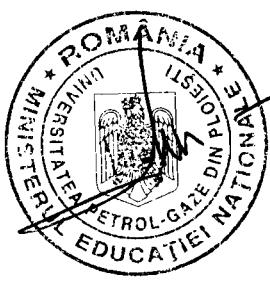


Figura 3 Schema instalației de separare/purificare a clorurii de vinil conform [7]



[Handwritten signatures and initials over the stamp]

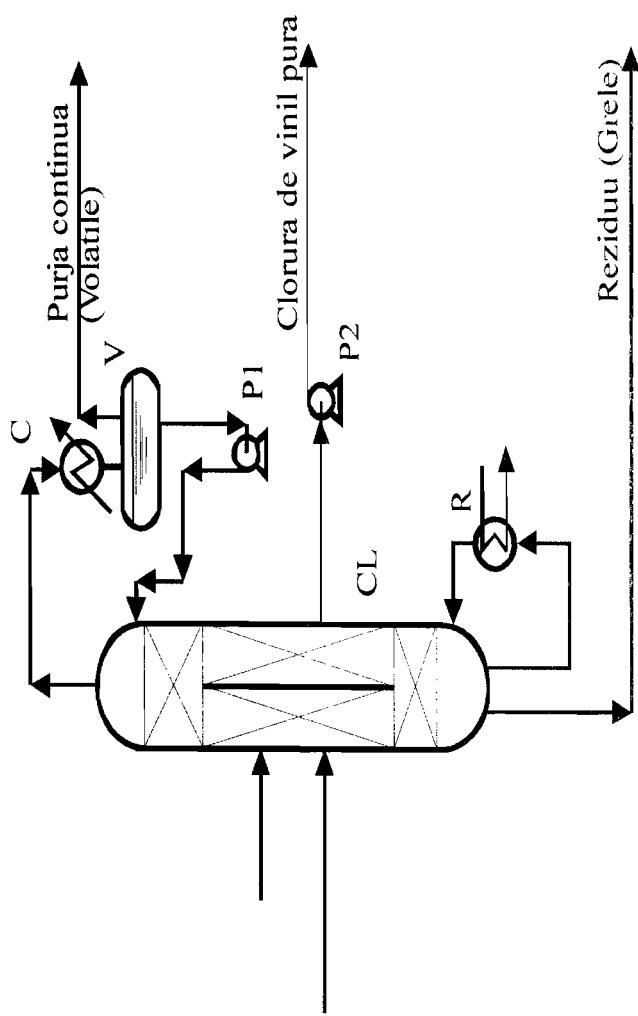
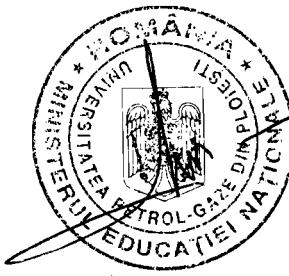


Figura 4 Schema instalației industriale cu coloană cu perete divizant utilizată la separarea/purificarea clorurii de vinil



[Handwritten signatures and initials over the stamp]