



УКРАЇНА

(19) **UA** (11) **105374** (13) **C2**
(51) МПК
C07C 45/83 (2006.01)
C07C 49/08 (2006.01)

ДЕРЖАВНА СЛУЖБА
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ
ВЛАСНОСТІ
УКРАЇНИ

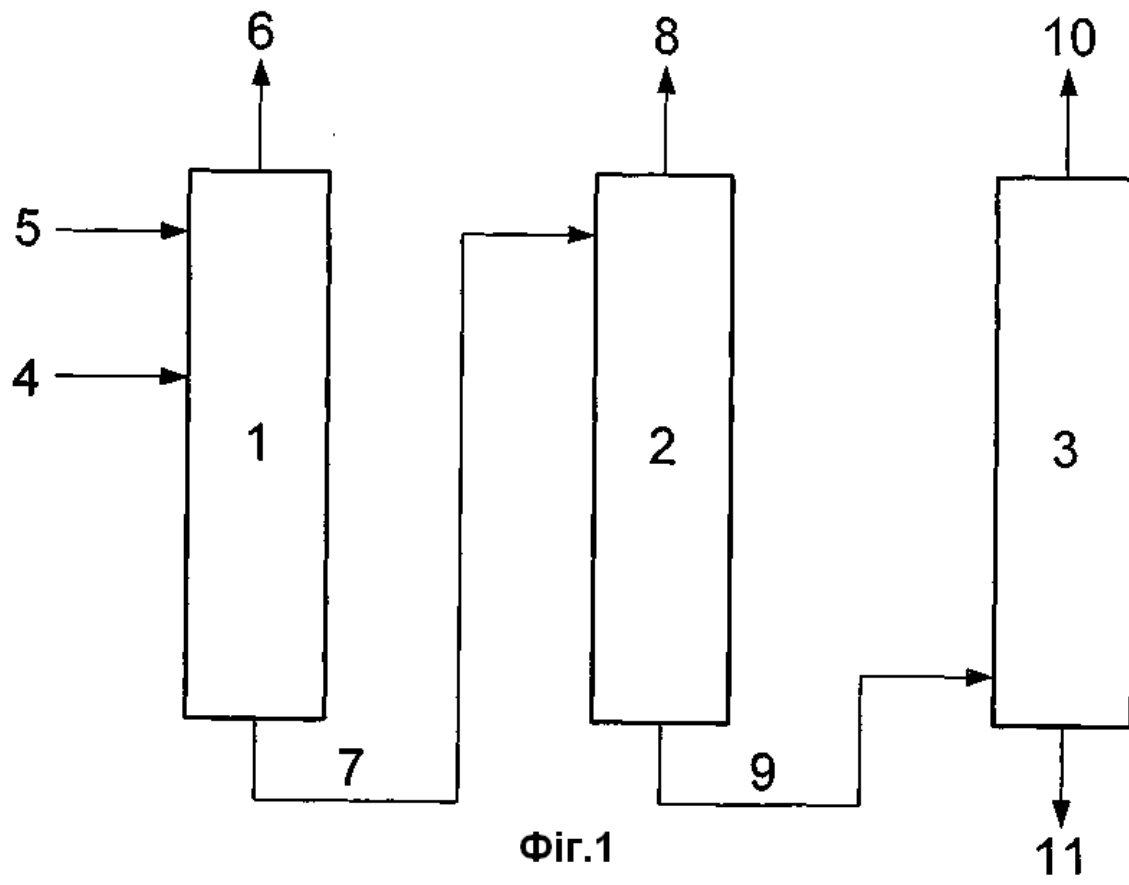
(12) ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

(21) Номер заявки:	а 2011 09596	(72) Винахідник(и):	Хенніган Шон Ентоні (GB), Джефферс Девід Едвард Джордж (GB), Селлерс Мартін Джон (GB), Сміт Стівен Джеймс (GB), Вілсон Пітер Джон (GB)
(22) Дата подання заявки:	23.12.2009	(73) Власник(и):	БП КЕМІКАЛЗ ЛІМІТЕД, Chertsey Road, Sunbury-on-Thames, Middlesex TW16 7BP, United Kingdom (GB)
(24) Дата, з якої є чинними права на винахід:	12.05.2014	(74) Представник:	Петров Андрій Володимирович, реєстр. №139
(31) Номер попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	09250016.4	(56) Перелік документів, взятих до уваги експертизою:	EP 0518562 A; 16.12.1992 US 4444624 A; 24.04.1984 EP 0314355 A; 03.05.1989
(32) Дата подання попередньої заявки відповідно до Паризької конвенції:	06.01.2009		
(33) Код держави-учасниці Паризької конвенції, до якої подано попередню заявку:	EP		
(41) Публікація відомостей про заявку:	25.10.2011, Бюл.№ 20		
(46) Публікація відомостей про видачу патенту:	12.05.2014, Бюл.№ 9		
(86) Номер та дата подання міжнародної заявки, поданої відповідно до Договору РСТ	PCT/GB2009/002955, 23.12.2009		

(54) СПОСІБ ВИДАЛЕННЯ АЦЕТОНУ З ПОТОКУ, ЩО ВКЛЮЧАЄ АЦЕТОН, МЕТИЛАЦЕТАТ І МЕТИЛЙОДИД**(57) Реферат:**

Даний винахід являє собою спосіб розділення, призначений для видалення ацетону з суміші, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид. Спосіб включає наступні стадії: (а) введення зазначеного потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, у першу зону дистиляції; (б) введення оцтової кислоти у зазначену першу зону дистиляції шляхом додавання оцтової кислоти до зазначеного потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, або шляхом введення оцтової кислоти прямо у першу зону дистиляції в одній або більше точках, що перебувають на одному рівні або вище точки введення зазначеного потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, у першу дистиляційну зону на стадії (а), або з використанням комбінації зазначених способів введення; (в) видалення з першої дистиляційної зони потоку легких фракцій, що включає метилйодид, і потоку важких фракцій, що включає ацетон, метилацетат, оцтову кислоту й зменшену кількість метилйодиду; (г) введення потоку важких фракцій зі стадії (в) у другу зону дистиляції; (д) видалення з другої зони дистиляції потоку легких фракцій, що включає метилацетат і метилйодид, і потоку важких фракцій, що включає ацетон, метилацетат і оцтову кислоту; (е) введення потоку важких фракцій зі стадії (д) у третю зону дистиляції; (ж) видалення з третьої зони дистиляції потоку легких фракцій, що включає метилацетат і ацетон, і потоку важких фракцій, що включає метилацетат і оцтову кислоту.

UA 105374 C2



Даний винахід являє собою спосіб поділу, призначений для видалення ацетону з суміші, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид.

Способи карбонілювання, наприклад, з використанням родієвих каталізаторів, відомі й важливі у промисловості. Один із таких важливих способів карбонілювання призначений для спільного одержання оцтової кислоти й оцтового ангідриду шляхом карбонілювання сумішей метанол/метилацетат/вода (що, наприклад, описано у патенті EP 87870). Такі способи карбонілювання можна здійснювати у присутності метилйодиду.

У таких процесах карбонілювання як побічний продукт часто утворюється ацетон. Цей побічний продукт може накопичуватися у рециркулюючих потоках процесу, що включають метилацетат і метилйодид, і це може приводити до утворення додаткових небажаних побічних продуктів і/або до зниження загальної ефективності способу. Наприклад, було описано, що ацетон здатний інгібувати каталізатор процесу. Крім того, ацетон утворює «речовини, що знижують ефективність», які приводять до проблем, пов'язаних із якістю кінцевого оцтового ангідриду. Також було виявлено, що ацетон вступає у реакцію й утворює смолу, яку необхідно видалити з процесу. Ацетон складно відокремити від метилацетату й метилйодиду через утворення азеотропних сумішей.

Проте, для видалення ацетону з сумішей ацетону, метилацетату й метилйодиду було запропоновано декілька способів.

У патенті US 4 252 748 описаний спосіб видалення ацетону з летучих складових реакційної суміші, що утворюються при карбонілюванні метилацетату у присутності благородного металу VIII групи й метилйодиду; даний спосіб включає наступні стадії: встановлення молярного відношення ацетону до метилйодиду, що становить, щонайменше, 1:10 у суміші летучих складових шляхом введення ацетону, метилйодиду й метилацетату у реакцію карбонілювання; здійснення фракційної дистиляції суміші летучих компонентів з метою відділення практично всього метилйодиду й частини ацетону й метилацетату, причому кількість відокремлюваного ацетону відповідає практично всій кількості ацетону, поданого у реакцію; відділення за допомогою дистиляції залишку ацетону й метилацетату з важких фракцій процесу дистиляції й виділення ацетону з суміші метилацетат/ацетон за допомогою азеотропної перегонки з використанням C_5 вуглеводнів, з наступною екстракцією водою суміші ацетон/ C_5 вуглеводень, і виділення ацетону з водної фази за допомогою фракційної перегонки.

У патенті US 4 444 624 описаний спосіб видалення ацетону з реакційних сумішей, отриманих при карбонілюванні метилацетату й/або диметилового ефіру, в якому реакційну суміш або її низькокиплячу частину, що складається з метилацетату, метилйодиду й ацетону, повністю або частково, піддають екстракційній дистиляції оцтовою кислотою у дистиляційній колоні, що включає 30 тарілок, з метою видалення чистого метилйодиду, з наступним видаленням дистиляцією суміші ацетон/метилацетат з екстракту в оцтовій кислоті. Зазначено, що отриману суміш ацетон/метилацетат розділяють на компоненти за відомими у даній галузі техніки методами у додатковій колоні з використанням суміші C_5 вуглеводнів шляхом азеотропної перегонки. Описано, що дистилят являє собою азеотропну суміш ацетон/ C_5 вуглеводень, а базовий кінцевий метилацетат не містить вуглеводнів. Суміш ацетон/ C_5 вуглеводні розділяють на компоненти відомими способами шляхом протічній екстрагування водою, а ацетон видаляють з води відгоном. Як альтернатива, описано, що азеотропну суміш ацетон/ C_5 вуглеводні відокремлюють екстракційною дистиляцією за допомогою оцтової кислоти, з одержанням C_5 вуглеводню як дистилят і суміші ацетон/оцтова кислота як основний продукт, який можна розділити на компоненти за допомогою фракційної дистиляції.

У патенті US 4 717 454 описаний спосіб видалення побічного ацетону з реакційних сумішей, що утворюються при карбонілюванні метилацетату й/або диметилового ефіру, в якому ацетон, що є побічним продуктом, піддають конденсації при температурі від 50 до 250°C при тиску, що становить від 0,01 до 150 бар з метою одержання, головним чином, вторинних продуктів із більше високою температурою кипіння, які розділяють у зоні дистиляції.

У патенті US 5 057 192 описаний спосіб видалення ацетону з системи виробництва оцтового ангідриду шляхом контактування монооксиду вуглецю з сумішшю, що включає метилйодид і метилацетат і/або диметиловий ефір у присутності каталітичної системи й оцтової кислоти шляхом здійснення наступних стадій: (1) одержання потоку з низькою температурою кипіння, що включає метилацетат, метилйодид, оцтову кислоту й ацетон, з системи виробництва; (2) перегонка потоку зі стадії (1) з метою одержання (а) потоку легких фракцій, що включає метилацетат, метилйодид і ацетон, і (б) потоку важких фракцій, що включає метилацетат, ацетон і, по суті, всю оцтову кислоту; (3) екстрагування потоку (а) зі стадії (2) водою з метою одержання (а) фази метилйодиду, що містить метилацетат, і (б) водної фази, що включає

метилацетат, метилйодид і ацетон; і (4) дистиляція водної фази з метою одержання (а) парової фази, що включає метилацетат, метилйодид і невеликі кількості ацетону й води, і (б) водного потоку, що включає метилацетат і ацетон.

У патенті EP 0518562 описаний спосіб видалення ацетону з суміші, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, що включає наступні стадії: (а) введення суміші, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, у зону дистиляції; (б) введення води у зону дистиляції в одній або більше точках, які перебувають вище точки введення у зону дистиляції суміші, що включає ацетон/метилацетат/метилйодид; (в) введення оцтової кислоти у зону дистиляції в одній або більше точках, які перебувають вище точки введення у зону дистиляції суміші, що включає ацетон/метилацетат/метилйодид; (г) видалення з зони дистиляції потоку легких фракцій продукту, що включає метилацетат і метилйодид; і (д) видалення з зони дистиляції води, оцтової кислоти й ацетону в одній або більше точках, що перебувають нижче точки введення у зону дистиляції суміші, що включає ацетон/метилацетат/метилйодид.

У WO 01/46109 описаний спосіб видалення ацетону з суміші, що включає метилгалогенідний промотор, причому суміш містить метилацетат, метилйодид і ацетон; спосіб включає наступні стадії: (1) введення суміші, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид у першу зону дистиляції; (2) видалення з першої дистиляційної зони бічного погону, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид; (3) введення бічного погону у другу зону дистиляції; (4) введення у другу зону дистиляції води, по суті, у тій же точці, через яку вводять бічний погон або в одній або більше точках, що перебувають вище точки подачі бічного погону; і (5) видалення кінцевих легких фракцій, що включають метилацетат і, по суті, весь метилйодид, поданий у другу зону дистиляції, через одну або більше точок, що перебувають нижче точки подачі бічного погону, причому потік важких фракцій включає ацетон, метилацетат і воду.

Хоча роботу способів, описаних у патентах US 5 057 192, EP 0518562 і WO 01/46109, загалом, легше здійснювати, у порівнянні з раніше відомими способами, описаними у патентах US 4 252 748, 4 444 624 і 4 717 454, застосування води у дистиляційних колонах, як описано у патентах US 5 057 192, EP 0518562 і WO 01/46109, може бути проблематичним у способах, призначених для відділення ацетону від суміші, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, що була отримана у процесах карбонілювання, призначених для одержання оцтового ангідриду або спільного одержання оцтової кислоти й оцтового ангідриду. Конкретно, вода може, в остаточному підсумку, бути повернута у процес, у якому вона вплине на перетворення кошового оцтового ангідриду назад в оцтову кислоту.

Більше того, якщо суміш, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, була отримана у системі виробництва, в якій здійснювали карбонілювання суміші, що включає метанол, метилацетат і воду, з одержанням оцтового ангідриду або суміші оцтового ангідриду й оцтової кислоти, бажано виділити якнайбільше метилйодиду. Метилйодид є дорогим й токсичним, отже, втрата метилйодиду може бути недоцільною з погляду економічності й/або безпеки. Конкретно, якщо суміш, що включає метанол, метилацетат і воду, карбонілюють у присутності метилйодиду, наприклад, суміш карбонілюють у присутності окремого або комбінованого металевого каталізатора карбонілювання, промотору каталізатора й метилйодиду, бажано виділити якнайбільше метилйодиду, щоб його можна було повернути у систему виробництва.

Таким чином, зберігається необхідність у поліпшеному способі видалення ацетону з суміші, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, отриманої у таких процесах карбонілювання.

Відповідно до першого аспекту даного винаходу, забезпечується спосіб видалення ацетону з потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, що включає наступні стадії:

(а) введення зазначеного потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, у першу зону дистиляції;

(б) введення оцтової кислоти у зазначену першу зону дистиляції шляхом додавання оцтової кислоти до зазначеного потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, або шляхом введення оцтової кислоти прямо у першу зону дистиляції в одній або більше точках, що перебувають на одному рівні з або вище точки введення зазначеного потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, у першу дистиляційну зону на стадії (а), або з використанням комбінації зазначених способів введення;

(в) видалення з першої дистиляційної зони потоку легких фракцій, що включає метилйодид, і потоку важких фракцій, що включає ацетон, метилацетат, оцтову кислоту й зменшену кількість метилйодиду;

(г) введення потоку важких фракцій зі стадії (в) у другу зону дистиляції;

(д) видалення з другої зони дистиляції потоку легких фракцій, що включає метилацетат і метилйодид, і потоку важких фракцій, що включає ацетон, метилацетат і оцтову кислоту;

(е) введення потоку важких фракцій зі стадії (д) у третю зону дистиляції;

(ж) видалення з третьої зони дистиляції потоку легких фракцій, що включає метилацетат і ацетон, і потоку важких фракцій, що включає метилацетат і оцтову кислоту.

Спосіб за даним винаходом забезпечує поліпшений процес видалення ацетону з суміші, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид.

5 Переважно, спосіб за даним винаходом являє собою процес видалення ацетону з потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, що отриманий з системи виробництва, в якій суміш, що включає метанол, метилацетат і воду, карбонілюють з одержанням оцтового ангідриду або суміші оцтового ангідриду й оцтової кислоти, найбільше переважно, з системи виробництва, в якій одержують суміш оцтового ангідриду й оцтової кислоти. Конкретно, у
10 способі за даним винаходом не застосовують екстрагування ацетону водою, яку можна потім повернути у процес карбонілювання. Додатково, при підтримці вмісту води у відповідних потоках на низькому рівні, всі потоки, що подаються у першу, другу й третю зони дистиляції, є однофазними, і це спрощує дистиляцію, що дозволяє здійснювати відносно простий поділ. Більше того, даний винахід дозволяє забезпечити високий ступінь виділення метилйодиду, який
15 можна потім повернути у систему виробництва.

На стадії (а) потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, вводять у першу дистиляційну зону.

Як правило, потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, у початковому вигляді
20 включає (за масою) від 0 до 40% оцтової кислоти, від 10 до 60% метилацетату, від 0,1 до 10% ацетону, переважно, від 0,1 до 3% ацетону, від 10 до 50% метилйодиду й від 0 до 1% води, найбільше переважно, менше ніж 0,5% води.

З вищенаведеного опису складу видно, що зазначений потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, може також містити оцтову кислоту й/або воду.

25 Конкретно, оцтова кислота може міститися у потоці, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, отриманому у системі виробництва, в якій суміш, що включає метанол, метилацетат і воду, карбонілюють з одержанням оцтового ангідриду й оцтової кислоти.

Щоб уникнути сумнівів, варто помітити, що однією з особливостей даного винаходу є те, що на стадії (б) у першу зону дистиляції вводять додаткову кількість оцтової кислоти. Це можна здійснювати шляхом додавання оцтової кислоти у потік, що включає ацетон, метилацетат і
30 метилйодид, до його введення у першу зону дистиляції, або шляхом введення оцтової кислоти безпосередньо у першу зону дистиляції в одній або більше точках, що перебувають на рівні точки введення у першу дистиляційну зону потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, або вище цієї точки, або з використанням обох способів введення. Оцтова кислота тече у дистиляційній колоні у напрямку зверху донизу і контактує з потоком пари, що надходить у протилежному напрямку. Оцтова кислота збільшує відносну летючість метилйодиду стосовно метилацетату й ацетону й, таким чином, служить в якості селективного екстрагента метилацетату й ацетону. Буде очевидно, що для початкових потоків, що вже включають оцтову кислоту, на стадії (б) буде потрібне додавання меншої кількості оцтової кислоти. Звичайно,
40 оцтову кислоту додають у такій кількості, щоб загальна кількість оцтової кислоти, що подається у першу зону дистиляції, була еквівалентна від 20 до 60% мас. усієї сировини. Як правило, щонайменше, 50%, більше характерно, від 60 до 90% усієї кількості оцтової кислоти, що подається у першу зону дистиляції, являє собою «додаткову» оцтову кислоту, що додається на стадії (б).

«Додаткову» оцтову кислоту звичайно додають у вигляді потоку, що включає, щонайменше,
45 95% мас. оцтової кислоти, звичайно, щонайменше, 98% мас. оцтової кислоти, найбільше переважно, щонайменше, 99% мас. оцтової кислоти. Інші компоненти, які можуть бути присутніми у зазначеному потоці у малих кількостях, якщо вони взагалі присутні, включають воду.

50 Переважно, щоб вода, по суті, не перебувала у першій дистиляційній колоні. Однак, часто важко повністю виключити воду з потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, або з потоку, що включає додаткову оцтову кислоту, що додається у першу дистиляційну колону. Проте, якщо вода присутня, важливо, щоб її кількість була відносно малою. Найбільше переважно, потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, включає менше ніж 0,5% мас. води, а потік, що включає додаткову оцтову кислоту, містить менше ніж 1% мас. води.

55 Перша дистиляційна зона служить для видалення більшої частини метилйодиду з потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, який подається у першу дистиляційну зону. Таким чином, з першої дистиляційної зони видаляють потік легких фракцій, що включає метилйодид, і потік важких фракцій, що включає ацетон, метилацетат, оцтову кислоту й зменшену кількість метилйодиду. Під вираженням «зменшена кількість метилйодиду»
60 розуміють, що вміст метилйодиду у потоці важких фракцій, що виходить з першої дистиляційної

зони, менше, ніж вміст метилйодиду у потоці, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, який подається у першу дистиляційну зону. Потік легких фракцій, по суті, являє собою чистий потік метилйодиду, що означає, що він включає, щонайменше, 95% мас., переважно, щонайменше, 98% мас. метилйодиду. Якщо потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, отриманий з системи виробництва, в якій суміш, що включає метанол, метилацетат і воду, карбонілюють з одержанням оцтового ангідриду або суміші оцтового ангідриду й оцтової кислоти, весь потік легких фракцій, що надходить з першої дистиляційної колони, або його частину можна повернути у систему виробництва.

Звичайною конфігурацією першої дистиляційної зони є дистиляційна колона, що містить від 20 до 25 теоретичних стадій поділу. Роботу першої дистиляційної зони можна здійснювати при будь-якому придатному тиску. Звичайний робочий тиск становить від 0 до 3 бар (відн.) (від 0 до 0,3 МПа, відносний).

Як правило, потік важких фракцій, що виходить з першої дистиляційної зони, включає (за масою) від 5 до 15% метилйодиду, від 20 до 40% метилацетату, від 20 до 60% оцтової кислоти, від 1 до 4% ацетону й від 0 до 1% води.

На стадіях (г) і (д) потік важких фракцій, що надходить з першої дистиляційної зони, вводять у другу дистиляційну зону, з якої вивантажують потік легких фракцій, що включає метилацетат і метилйодид, і потік важких фракцій, що включає ацетон, метилацетат і оцтову кислоту.

У той час як перша дистиляційна зона служить для видалення більшої частини метилйодиду з потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, видалити весь метилйодид у вигляді, по суті, чистого потоку легкої фракції метилйодиду за допомогою однієї стадії екстракційної дистиляції, без необхідності у застосуванні дуже великої дистиляційної колони або дистиляційної колони, що містить дуже велику кількість теоретичних стадій поділу може бути складно. Таким чином, друга дистиляційна зона служить для видалення залишку метилйодиду з потоку важких фракцій, що надходить з першої дистиляційної зони.

Крім метилацетату й метилйодиду, потік легких фракцій, що виходить з другої зони дистиляції, може включати малі кількості ацетону й води. Потік легких фракцій звичайно включає (за масою), щонайменше, 90%, переважно, щонайменше, 95% метилйодиду й метилацетату. Даний потік звичайно включає (за масою) менше ніж 4% ацетону й менше ніж 1% води. Якщо потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, що подають у першу дистиляційну зону, був отриманий з системи виробництва, в якій суміш, що включає метанол, метилацетат і воду, карбонілюють з одержанням оцтового ангідриду або суміші оцтового ангідриду й оцтової кислоти, весь або частину потоку легких фракцій, що виходить з другої дистиляційної колони, можна повернути у систему виробництва.

Потік важких фракцій, що надходить з другої дистиляційної зони, по суті, не містить метилйодиду, що означає, що він включає менше ніж 10 мас.част./млн. метилйодиду. Потік важких фракцій, що надходить з другої дистиляційної зони, як правило, включає (за масою) від 20 до 40% метилацетату, від 45 до 70% оцтової кислоти, від 1 до 4% ацетону й від 0 до 1% води.

Звичайною конфігурацією другої дистиляційної зони є дистиляційна колона, що містить від 25 до 35 теоретичних стадій поділу. Роботу другої дистиляційної зони можна здійснювати при будь-якому придатному тиску. Звичайний робочий тиск становить від 0 до 3 бар (відн.) (від 0 до 0,3 МПа, відносний).

На стадіях (е) і (ж) потік важких фракцій, що надходить зі стадії (д), вводять у третю дистиляційну зону, з якої вивантажують потік легких фракцій, що включає метилацетат і ацетон, і потік важких фракцій, що включає метилацетат і оцтову кислоту.

Третя дистиляційна зона служить для видалення ацетону у складі потоку легких фракцій. Цей потік також включає деяку кількість метилацетату, але, по суті, не містить метилйодиду, таким чином, його можна, економічним способом, направити на утилізацію шляхом спалювання. Як правило, потік легких фракцій включає, щонайменше, 90%, переважно, щонайменше, 95% за масою ацетону й метилацетату, і звичайно складається, щонайменше, з 70% метилацетату й, щонайменше, 10% ацетону. Потік легких фракцій може також включати деяку кількість води, звичайно до 10% мас., але звичайно, по суті, не містить оцтової кислоти (менше ніж 10 мас.част./млн.).

Звичайно потік важких фракцій, що надходить з третьої дистиляційної зони, включає (за масою) від 10 до 40% метилацетату, від 45 до 80% оцтової кислоти, від 0,5 до 2% ацетону й від 0 до 1% води. Якщо потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, поданий у першу дистиляційну зону, був отриманий з системи виробництва, в якій суміш, що включає метанол, метилацетат і воду, карбонілюють з одержанням оцтового ангідриду або суміші оцтового ангідриду й оцтової кислоти, весь або частину потоку важких фракцій, що надходить з третьої

дистиляційної зони, можна повернути у систему виробництва.

Звичайною конфігурацією третьої дистиляційної зони є дистиляційна колона, що містить від 30 до 40 теоретичних стадій поділу. Роботу третьої дистиляційної зони можна здійснювати при будь-якому придатному тиску. Звичайний робочий тиск становить від 0 до 3 бар (відн.) (від 0 до 0,3 МПа, відн.).

У відповідності з другим аспектом даного винаходу, забезпечується спосіб одержання оцтового ангідриду або спільного одержання оцтового ангідриду й оцтової кислоти, що включає наступні стадії:

А) карбонілювання суміші, що включає метанол, метилацетат і воду, у присутності окремого або комбінованого металевих каталізатора карбонілювання, промотору каталізатора й метилйодиду, з метою одержання реакційної суміші, що включає (1) оцтовий ангідрид або суміш оцтової кислоти й оцтового ангідриду й (2) потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид;

Б) виділення потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, як потік легких фракцій, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, з реакційної суміші;

В) напрямом зазначеного потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, у процес видалення ацетону з потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, описаний у даному описі.

У реакції карбонілювання можна застосовувати будь-який з відомих металевих каталізаторів карбонілювання. Придатні метали включають метали VIII групи Періодичної таблиці елементів, а саме, залізо, кобальт, нікель, рутеній, родій, палладій, осмій, іридій і платину. Кращі каталітично активні метали VIII групи являють собою іридій, осмій, платину, палладій, родій і рутеній. Особливо кращим є родій. Переважно застосовувати метал у формі розчинної сполуки, наприклад, солі або комплексної сполуки металу, наприклад, карбонільного комплексу. Як промотор каталізатора карбонілювання застосовують галоген у вільній або з'єднаній формі. Промотор каталізатора може включати четвертинні азоторганічні сполуки, наприклад, йодид N,N-диметилімідазолію або йодид N-метилпіридину; четвертинні фосфорорганічні сполуки, наприклад, йодид тетрабутилфосфонію; і/або солі лужних металів, наприклад, йодид літію. Придатні умови реакції карбонілювання описані в європейському патенті EP 87870, включеному у даний опис як посилання.

Крім каталізатора, промотору й метилйодиду, реакційна суміш буде, загалом, містити оцтову кислоту, оцтовий ангідрид, етилдендіацетат, а також метилацетат і ацетон. Легку фракцію можна відокремити від реакційної суміші за допомогою дистиляції, переважно, фракційної дистиляції.

Особи, кваліфіковані у даній галузі техніки, оціняють, що в інтегрованому процесі карбонілювання, в якому суміш, що включає метанол, метилацетат і воду, карбонілюють у присутності окремого або з'єданого каталізатора карбонілювання, промотору каталізатора й метилйодиду, у процесі є декілька рециркулюючих потоків легких фракцій, що включають ацетон, метилацетат і метилйодид, які можна застосовувати у способі за даним винаходом, що дозволяє запобігти накопиченню ацетону у реакційній суміші карбонілювання. Таким чином, в одному з кращих варіантів, реакційну суміш реакції карбонілювання, що перебуває при підвищених температурі й тиску, направляють з реакційної зони у випарну зону, в якій знижують температуру й тиск суміші. Нелетучі компоненти каталізатора й компоненти каталізатора з високою температурою кипіння повертають у реакційну зону карбонілювання з основи випарної зони. Суміш легких фракцій разом із продуктом (продуктами) карбонілювання вивантажують з випарної зони як легкі фракції. Частина або всі легкі фракції відокремлюють від продуктів карбонілювання за допомогою однієї або більше стадій дистиляції з метою застосування у способі за даним винаходом.

Далі даний винахід буде проілюстрований тільки за допомогою прикладів і з посиланням на фіг.1, на якій схематично відображений процес за даним винаходом.

Конкретно, на фіг.1 показані перша (1), друга (2) і третя (3) зони дистиляції, призначені для видалення ацетону з потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид. Потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, направляють у першу дистиляційну зону (1) за лінією (4). Оцтову кислоту також подають у першу дистиляційну зону за лінією (5), у точці, що перебуває вище точки введення потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид.

У першій дистиляційній зоні видаляють потік легких фракцій (6), що включає метилйодид, і потік важких фракцій (7), що включає ацетон, метилацетат, оцтову кислоту й зменшену кількість метилйодиду.

Потік важких фракцій (7) вводять у другу дистиляційну зону (2), з якої видаляють потік легких фракцій (8), що включає метилацетат і метилйодид, і потік важких фракцій (9), що

включає ацетон, метилацетат і оцтову кислоту.

Потік важких фракцій (9) вводять у третю дистиляційну зону (3), з якої видаляють потік легких фракцій (10), що включає метилацетат і ацетон, і потік важких фракцій (11), що включає метилацетат і оцтову кислоту.

5 Приклад

Приклад заснований на способі відповідно до фіг. 1. Склади відповідних потоків з 4 по 11 наведені у таблиці 1.

Таблиця 1

Потік	4	5	6	7
Загальна маса потоку	2764	1800	684	3880
Концентрації речовин (% мас.):				
Ацетон	2,11	0	0	1,48
Метилйодид	36,96	0	98,3	9,00
Метилацетат	44,92	0	0	32,00
Вода	0,01	0,50	0,50	0,15
Оцтова кислота	16,01	99,50	1,20	57,37
Потік	8	9	10	11
Загальна маса потоку	600	3280	112	3168
Концентрації речовин (% мас.):				
Ацетон	1,40	1,50	13,40	1,10
Метилйодид	58,20	0	0	0
Метилацетат	38,50	31,00	84,40	29,10
Вода	0,40	0,11	2,20	0,03
Оцтова кислота	1,50	67,40	0	69,77

- 10 З вищеприведеного видно, що потік 10 включає значну кількість ацетону. Насправді, способом за даним винаходом вдалося видалити всього ледве більше 25% ацетону, що перебуває у складі потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, поданого у першу зону дистиляції. Цього досить для запобігання «накопичення» ацетону у рецируючих потоках для системи виробництва, в якій спільно одержують оцтовий ангідрид і оцтову кислоту шляхом карбонілювання суміші, що включає метанол, метилацетат і воду, і це знижує потенційне утворення небажаних побічних продуктів і/або зменшення загальної ефективності процесу, яке може викликати накопичення ацетону.

- 15 Додаткова перевага способу за даним винаходом полягає у тому, що, крім відсутності необхідності у застосуванні води (щонайменше, навмисно введеної води) при видаленні ацетону, більше 25% води, що перебуває у першій дистиляційній зоні (вода, головним чином, присутня як домішка у складі сировинної оцтової кислоти, що подається у зазначену зону), також видаляють разом із ацетоном у складі потоку 10. Таким чином, даний винахід також дозволяє зменшити вміст води у рецируючих потоках системи виробництва, в якій спільно одержують оцтовий ангідрид і оцтову кислоту.

- 25 Більше того, з таблиці 1 видно, що у потоках 9, 10 і 11 відсутній метилйодид. Таким чином, потік 10 можна утилізувати економічно, без втрати дорогого метилйодиду, а метилйодид, виділений у складі потоків 6 і 8, можна повернути у систему виробництва, в якій спільно одержують оцтовий ангідрид і оцтову кислоту.

30 ФОРМУЛА ВИНАХОДУ

1. Спосіб видалення ацетону з потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, який полягає в тому, що здійснюють наступні стадії:
- 35 (а) введення зазначеного потоку, що включає ацетон, метилацетат і метил йодид, у першу зону дистиляції;
- (б) введення оцтової кислоти у зазначену першу зону дистиляції шляхом додавання оцтової кислоти до зазначеного потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, або шляхом введення оцтової кислоти прямо у першу зону дистиляції в одній або більше точках, що перебувають на одному рівні або вище точки введення зазначеного потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, у першу дистиляційну зону на стадії (а), або з використанням комбінації зазначених способів введення;
- 40

(в) видалення з першої дистиляційної зони потоку легких фракцій, що включає метилйодид, і потоку важких фракцій, що включає ацетон, метилацетат, оцтову кислоту й зменшену кількість метилйодиду;

(г) введення потоку важких фракцій зі стадії (в) у другу зону дистиляції;

5 (д) видалення з другої зони дистиляції потоку легких фракцій, що включає метилацетат і метилйодид, і потоку важких фракцій, що включає ацетон, метилацетат і оцтову кислоту;

(є) введення потоку важких фракцій зі стадії (д) у третю зону дистиляції;

(ж) видалення з третьої зони дистиляції потоку легких фракцій, що включає метилацетат і ацетон, і потоку важких фракцій, що включає метилацетат і оцтову кислоту.

10 2. Спосіб за п. 1, у якому потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, отриманий з системи виробництва, в якій суміш, що включає метанол, метилацетат і воду, карбонілюють з одержанням оцтового ангідриду або суміші оцтового ангідриду й оцтової кислоти.

3. Спосіб за п. 1 або п. 2, у якому потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, що вводять на стадії (а), включає, за масою, від 0 до 40 % оцтової кислоти, від 10 до 60 % метилацетату, від 0,1 до 3 % ацетону, від 10 до 50 % метилйодиду й від 0 до 0,5 % води.

15 4. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, у якому оцтову кислоту на стадії (б) додають у такий кількості, що загальна кількість оцтової кислоти, яка подається у першу зону дистиляції, еквівалентна від 20 до 60 мас. % усієї сировини.

5. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, у якому щонайменше 50 мас. %, більше характерно, від 60 до 90 мас. % від усієї кількості оцтової кислоти, яка подається у першу зону дистиляції, являє собою додаткову оцтову кислоту, що додається на стадії (б).

20 6. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, у якому потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, включає менше ніж 0,5 мас. % води, і потік, що включає додаткову оцтову кислоту, включає менше ніж 1 мас. % води.

25 7. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, у якому потік важких фракцій з першої дистиляційної зони включає, за масою, від 5 до 15 % метилйодиду, від 20 до 40 % метилацетату, від 20 до 60 % оцтової кислоти, від 1 до 4 % ацетону й від 0 до 1 % води.

8. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, у якому потік легких фракцій з другої зони дистиляції включає, за масою, щонайменше 90 %, переважно щонайменше 95 % метилйодиду й метилацетату, менше ніж 4 % ацетону й менше ніж 1 % води.

9. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, у якому потік важких фракцій з другої дистиляційної зони включає, за масою, від 20 до 40 % метилацетату, від 45 до 70 % оцтової кислоти, від 1 до 4 % ацетону й від 0 до 1 % води.

35 10. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, у якому потік легких фракцій з третьої дистиляційної зони включає щонайменше 90 %, переважно щонайменше 95 % за масою ацетону й метилацетату, до 10 мас. % води й менше ніж 10 мас. част./млн. оцтової кислоти.

11. Спосіб за будь-яким із попередніх пунктів, у якому потік важких фракцій з третьої дистиляційної зони включає, за масою, від 10 до 40 % метилацетату, від 45 до 80 % оцтової кислоти, від 0,5 до 2 % ацетону й від 0 до 1 % води.

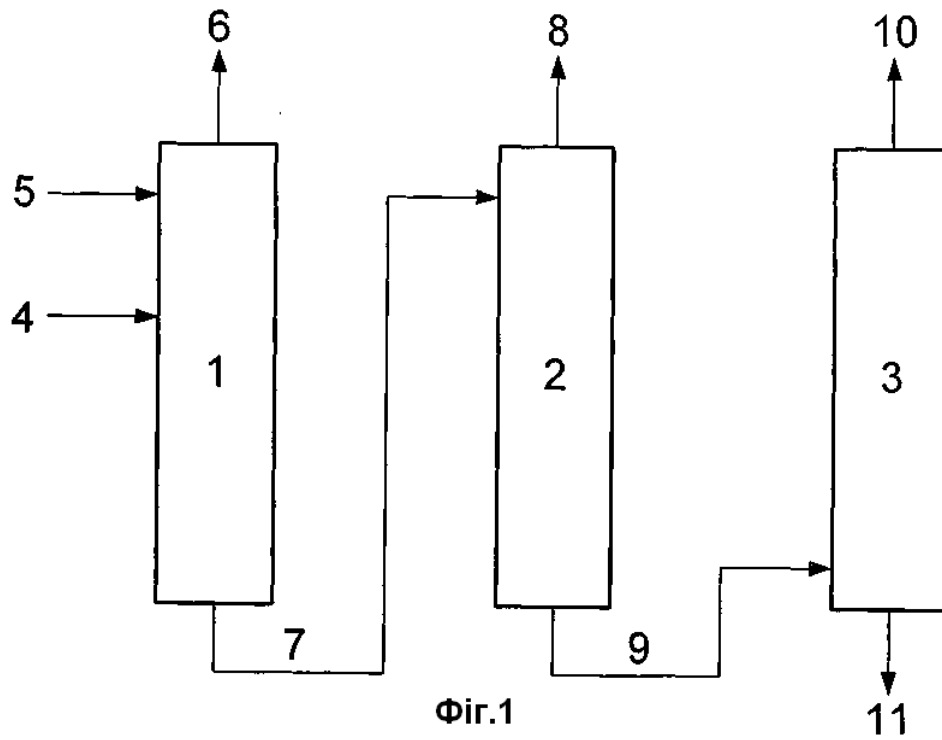
40 12. Спосіб одержання оцтового ангідриду або спільного одержання оцтового ангідриду й оцтової кислоти, що включає наступні стадії:

45 А) карбонілювання суміші, що включає метанол, метилацетат і воду, у присутності окремого або комбінованого металевого каталізатора карбонілювання, промотору каталізатора й метилйодиду, для одержання реакційної суміші, що включає (1) оцтовий ангідрид або суміш оцтової кислоти й оцтового ангідриду та (2) потік, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид;

Б) виділення потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, як потік легких фракцій, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, з реакційної суміші;

50 В) направлення зазначеного потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, у процес видалення ацетону з потоку, що включає ацетон, метилацетат і метилйодид, відповідно до будь-якого з пунктів з 1 по 11.

13. Спосіб за п. 12, у якому один або більше з (1) потоку легких фракцій, що включає метилацетат і метилйодид, що видаляється з другої дистиляційної зони, і (2) потоку важких фракцій, що включає метилацетат і оцтову кислоту, що видаляється з третьої дистиляційної зони, повертають у реакцію карбонілювання суміші, що включає метанол, метилацетат і воду, для одержання оцтового ангідриду або суміші оцтового ангідриду й оцтової кислоти.



Комп'ютерна верстка А. Крулевський

Державна служба інтелектуальної власності України, вул. Урицького, 45, м. Київ, МСП, 03680, Україна

ДП "Український інститут промислової власності", вул. Глазунова, 1, м. Київ – 42, 01601