

Э. Ю. Булычев, Ю. А. Писаренко, М. К. Захаров

ТЕХНОЛОГИЯ ОЧИСТКИ СИНТЕТИЧЕСКОГО АЦЕТАТА ТОКОФЕРОЛА (ВИТАМИНА Е)

МИТХТ им. М. В. Ломоносова, Москва

Возможным решением проблемы очистки технического ацетата токоферола является пленочная дистилляция технического витамина Е в каскаде из двух пустотелых колонн, работающих при остаточном давлении 20 Па с частичным флегмированием потока дистиллата.

Важной проблемой промышленного производства синтетического ацетата токоферола (I) является его очистка, которая осложнена несколькими факторами: значительной вязкостью и термолабильностью; высокой температурой кипения; значительным смолообразованием; в составе технического продукта помимо I находят большое количество примесей, многие из которых по структуре и свойствам близки к основному продукту. Высокие требования к качеству I предъявляются действующими в России и за рубежом нормативными документами. Так, содержание основного вещества должно быть не ниже 96 %, а примесей не более 3 %; в готовом препарате должны отсутствовать смолистые вещества, вызывающие окраску продукта.

Совершенно очевидно, что используемый в настоящее время способ очистки технического I с помощью фракционной вакуумной перегонки не может обеспечить требуемое высокое качество препарата. Это связано с низкой эффективностью простой перегонки, а также с тем, что в этом процессе неизбежным становится длительное кипение кубовой жидкости, что приводит к перегревам и к частичному разложению I и, соответственно, к резкому ухудшению качества целевого продукта.

Выбор других альтернативных способов очистки невелик. Обычную вакуумную ректификацию невозможно использовать из-за очень низкого остаточного давления. Так, например, при максимально допустимой температуре в кубе колонны 220 – 230 °С остаточное давление в этой зоне должно быть в пределах 0,1 – 0,2 мм рт.ст., но чтобы выдержать эти параметры гидравлические потери паровому потоку в насадке колонны должны быть минимальны (в пределе близки к нулю), что нереально. Молекулярная дистилляция не подходит для этой цели из-за низкой эффективности однократного разделения, высокой энергоемкости и больших капитальных затрат. Также затруднительно использовать роторно-пленочные испарители из-за трудности надежного уплотнения вращающегося вала при низком остаточном давлении в рабочей зоне аппарата.

Единственным решением этой сложной задачи, по нашему мнению, может быть использование непрерывной дистилляции в режиме “падающей пленки”. Теория, практика и методика расчета аппаратов такого типа рассмотрена в работе [1]. Достоинствами этого метода дистилляции являются простота устройства

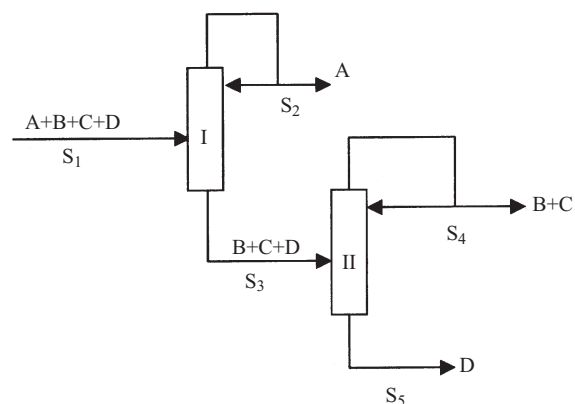
аппаратов, малое время пребывания жидкости в зоне нагрева, возможность работы при сколь угодно низком остаточном давлении, отсутствие вращающихся частей. Особо следует подчеркнуть, что здесь используются пустотелые колонны, без тарелок, насадок и других внутренних устройств, что значительно увеличило бы гидравлическое сопротивление паровому потоку и сделало бы невозможным проведение процесса в условиях глубокого вакуума. Учитывая отмеченные выше преимущества данного процесса, была поставлена задача определения рабочих параметров проектируемой установки, обеспечивающей выпуск продукта заданного состава (основного вещества не менее 97 %, примесей, в том числе α -токоферола (II), не более 3 %).

Исходный состав разделяемой технической смеси (масс. %): I — 87,6 %, II — 2,4 %, легкокипящие вещества (изофитол, фитодиены, фитон, дегидроизофитол, дигидроизофитол, диацетат триметилгидрохинона) — 5,6 %, высококипящие вещества (спиродимер α -токоферола, смолистые вещества, продукты окисления и термической деструкции) — 4,4 %.

Для решения поставленной задачи был выполнен вычислительный эксперимент с использованием программного комплекса PRO/II. Многокомпонентный состав технического продукта условно представлен четырьмя компонентами:

A — фракция легкокипящих веществ (120 – 200 °С/20 Па),

B — II (215 °С/20 Па),



Принципиальная схема очистки технического ацетата токоферола (I)

Продуктовые потоки дистилляционной очистки ацетата токоферола (I) при остаточном давлении 20 Па (0,15 мм рт.ст.)

Потоки	S ₁	S ₂	S ₃	S ₄	S ₅
Производительность, кг/ч	100,0	5,6	94,4	89,9	4,5
Температура жидкости, °С	176,5	119,5	227,0	200,0	230,0
Состав фракции (масс. доли):					
A	0,0560	0,9999	—	—	—
B	0,0240	—	0,0254	0,0267	—
C	0,8760	—	0,9280	0,9733	0,0225
D	0,0440	—	0,0466	—	0,9775

C — I (220 °С/20 Па),

D — фракция высококипящих продуктов (225 – 240 °С/20 Па).

Исходили из того, что пленочная дистилляция технического I проходит в каскаде пустотелых колонн при остаточном давлении 20 Па (0,15 мм рт.ст.), причем каждый аппарат работает с флегмированием потока дистиллата. Производительность по исходной смеси составляет 100 кг/ч.

На основании предварительного анализа результатов вычислительного эксперимента выбрана схема разделения исходного продукта, представленная на рисунке.

При расчете технологических параметров данной схемы допустили возможность замены реальной сложной многокомпонентной системы четырехкомпонентной смесью высших жирных кислот с различной длиной углеводородной цепи, с близкими соотношениями летучестей и с надежной экспериментальной базой данных по обширному перечню физико-химических свойств, необходимых для работы системы PRO/II. В качестве таковых выбраны жирные кислоты: лауриновая — эталон для фракции A, миристиновая — эталон для фракции B, пальмитиновая — эталон для фракции C, олеиновая — эталон для фракции D. Рассматривался также вопрос о выборе модельных систем, составленных из других эталонов с еще более

близкими к реальному составу свойствами (структура, температура кипения, вязкость, плотность, теплоемкость и т.п.). Однако тогда это были бы химические соединения разных классов, при очистке же технического I имеют дело с родственными веществами, близкими друг к другу по строению и свойствам. Это обстоятельство, в конечном счете, и предопределило окончательный выбор нашей модельной системы.

В результате расчетов с использованием программного комплекса PRO/II были определены рабочие параметры колонн:

колонна I — число тарелок $n = 15$, флегмовое число $R = 20$, подача питания на 7 тарелку, считая от верха колонны;

колонна II — число тарелок $n = 20$, флегмовое число $R = 20$, подача питания на 14 тарелку (от верха колонны).

Составы и количества продуктовых потоков представлены в таблице. Полученные данные свидетельствуют о принципиальной возможности очистки технического I по предлагаемой технологии.

ЛИТЕРАТУРА

1. М. К. Захаров, В. В. Булавцев, *Процессы переноса в пленочных аппаратах*, Уч. зап. МИТХТ, вып.6, МИТХТ, Москва (2002), сс. 42 – 53.

Поступила 01.11.04

PURIFICATION TECHNOLOGY OF SYNTHETIC TOCOPHERYL ACETATE (VITAMIN E)

É. Yu. Bulychev, Yu. A. Pisarenko, M. K. Zakharov

Lomonosov Institute of Fine Chemical Technology, Moscow, Russia

The possible method of the complex problem of the tocopheryl acetate purification is film distillation of conventional vitamin E in purification plant which includes two hollow columns functioned under residual pressure 20 Pa with partial refluxing of distillate stream.