На правах рукописи

Хлопов Дмитрий Сергеевич

РАЗРАБОТКА ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ L-ЛАКТИДА

05.17.04. – Технология органических веществ

АВТОРЕФЕРАТ

диссертации на соискание ученой степени

кандидата химических наук

Москва 2011

Работа выполнена в Российском химико-технологическом университете им. Д.И.Менделеева

Научные руководители: кандидат химических наук, доцент
Козловский Роман Анатольевич
Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева

Официальные оппоненты: доктор химических наук, профессор
Бухаркина Татьяна Владимировна
Российский химико-технологический университет им. Д. И. Менделеева

кандидат химических наук
Занавескин Леонид Николаевич
Научно-исследовательский физико-химический институт им. Л.Я. Карпова

Ведущая организация Московская государственная академия тонкой химической технологии им. М.В. Ломоносова

Защита диссертации состоится «3» июня 2011 года на заседании диссертационного совета Д 212.204.02 в РХТУ им. Д.И. Менделеева (125047, Москва, Миусская пл., д.9), в конференц-зале (ауд.443) в 12^{00}.
С диссертацией можно ознакомиться в Научно-информационном центре РХТУ им. Д.И.Менделеева

Автореферат разослан « » апреля 2011 года

Ученый секретарь
диссертационного совета
Д 212.204.02 Козловский Роман Анатольевич

ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА РАБОТЫ

Актуальность темы. Одним из путей решения проблемы загрязнения окружающей среды отходами полимерных материалов является разработка, создание и освоение производства широкой гаммы биоразлагаемых полимеров, которые сохраняют эксплуатационные характеристики только в течение периода потребления (эксплуатации), после чего, попадая в окружающую среду, претерпевают физико-химические и биологические превращения с образованием углекислого газа и воды. При этом с учетом постоянного роста цен на ископаемое сырьё (нефть, газ, уголь), одним из наиболее перспективных и экономически выгодных направлений считается создание производств биоразлагаемых полимерных материалов с использованием возобновляемых биологических ресурсов, в частности, растительного сырья.

Таким образом, разработка процесса синтеза L-лактида – мономера для получения полилактида – наиболее перспективного биоразлагаемого полимера, и других биоразлагаемых пластиков на его основе является актуальной задачей.

Цель работы. Разработка высокоэффективной малоотходной технологии синтеза L-лактида – мономера для получения биоразлагаемых полимерных материалов из бутилового эфира молочной кислоты.

Задачи исследования. 1) Поиск эффективных каталитических систем для стадий олигомеризации бутиллактата и деполимеризации полученных олигомеров в L-лактид. 2) Поиск оптимальных условий синтеза L-лактида с использованием лучших каталитических систем. 3) Разработка комплексного метода очистки лактида-сырца с целью получения L-лактида полимеризационной чистоты. 4) Поиск оптимального технологического оформления процесса для повышения выхода целевого продукта заданного качества и минимизации отходов производства. 5) Разработка технологической схемы и проведение оценочного расчета необходимого технологического оборудования для создания опытной установки мощностью 200 т/год по лактиду полимеризационной чистоты.

Научная новизна.

1. Установлено влияние природы и концентраций катализаторов на скорость и селективность реакций олигомеризации бутиллактата и получения лактида. Выбран наиболее эффективный катализатор – $SnCl_4$.

2. Установлено влияние температуры и давления на выход олигомера на стадии олигомеризации бутиллактата и L-лактида на стадии деполимеризации олигомеров бутиллактата.

3. Предложен новый прием интенсификации процесса очистки лактида-сырца от примесей методом их выплавления, заключающийся в прокачке инертного газа через аппарат. Установлено влияние режима подачи инертного газа на общее время данной стадии и на выход L-лактида.

4. Установлено влияние типа и конструкции реактора на удельную производительность по L-лактиду.

Практическая значимость работы. Разработаны основы новой комплексной малоотходной технологии получения лактида из бутилового эфира молочной кислоты, которая за счет использования нового катализатора, аппаратурного оформления стадий олигомеризации и деполимеризации, а также системы очистки лактида, позволяет не только интенсифицировать процесс в целом, но также организовать рецикл катализатора, побочных и сопутствующих продуктов и, как следствие, значительно увеличить выход целевого продукта – L-лактида.

Полученные результаты легли в основу лабораторного регламента и исходных данных для проектирования пилотной установки.

Апробация работы. Основные материалы, представленные в диссертации докладывались и обсуждались на международных конференциях: «Chemreactor-18» г. Буджиба, Мальта, 2008; «Chemreactor-19» г. Вена, Австрия, 2010; «Ubiochem-1» г. Кордоба, Испания, 2010; «Catalysis for renewable sources» г. Санкт-Петербург, Россия, 2010; а так же на III Российской конференции «Актуальные проблемы нефтехимии» г. Звенигород, Россия, 2009; Всероссийской конференции молодых ученых и инновационных химических технологий, РХТУ им. Д.И. Менделеева г. Москва, Россия, 2007; IV всероссийской конференции «Химия и технология растительных веществ» Санкт-Петербург, Россия, 2010.

Публикации. По теме диссертации опубликовано 4 статьи, 1 из которых в рецензируемом научном журнале, рекомендованном ВАК, подана заявка на патент.

Объем и структура диссертации. Диссертация состоит из введения, 4 глав, выводов, списка литературы, содержащего 109 источников. Работа изложена на 138 стр. машинописного текста, включает 48 рисунков, 46 таблиц.

СОДЕРЖАНИЕ РАБОТЫ

В первой главе представлен литературный обзор, в котором описаны известные одностадийные и двухстадийные методы синтеза лактида из молочной кислоты и из её эфиров, с использованием различных каталитических систем, способы очистки получаемого лактида-сырца, а также аппаратурное оформление узлов синтеза и очистки.

Проведенный анализ известных способов показал, что существующие способы получения лактида в настоящее время базируются на устаревшей технологии, которая включает в себя микробиологический синтез молочной кислоты в виде солей кальция или аммония, раскисление данных солей, выделение молочной кислоты из водного раствора, её очистку, олигомеризацию молочной кислоты, последующую деполимеризацию олигомера до лактида и очистку лактида. Наличие большого количества стадий, их сложность, а также огромное количество отходов производства (в виде солей неорганических кислот), делает этот метод экономически не рентабельным, а получаемый по данной технологии лактид является очень дорогим продуктом. Именно, по этому, полимерные материалы на основе лактида в настоящее время имеют ограниченное применение, а изделия из него пока не могут конкурировать по цене с изделиями из традиционных пластмасс.

В последнее время появились отдельные сообщения, в которых предлагаются технические решения, позволяющие существенно упростить технологию производства лактида. В основе этих технических решений лежит метод прямой конверсии лактата аммония в сложный эфир молочной кислоты и последующая олигомеризация сложного эфира до олигомеров и деполимеризация олигомера в лактид. Такое направление синтеза лактида позволяет не только исключить из технологической схемы стадию раскисления и, как следствие, существенно снизить количество образующихся отходов производства (солей неорганических кислот), но также существенно упростить стадию очистки лактида, т.к. получаемый по данной схеме лактид, практически не содержит воды и молочной кислоты. Однако, каждая из известных стадий вышеуказанной цепочки превращений и, в частности, стадии олигомеризации и деполимеризации, характеризуется очень низкими техническими показателями (длительность процесса, низкий выход и т.д.). На основании проведенного анализа литературы сформулирована цель и задачи данного научного исследования.

Во второй главе приведены сведения об использованных в работе веществах; описаны схемы лабораторный установок; представлены методики проведения экспериментов и анализа продуктов реакции.

В третьей главе представлены результаты исследований по поиску эффективных катализаторов процесса синтеза лактида; оптимальных условий олигомеризации бутиллактата, деполимеризации олигомера бутилового эфира молочной кислоты в реакторах различного типа; способов и условий очистки лактида. Схема реакций, протекающих при двухстадийном превращении бутиллактата в лактид представлена на рис. 1.

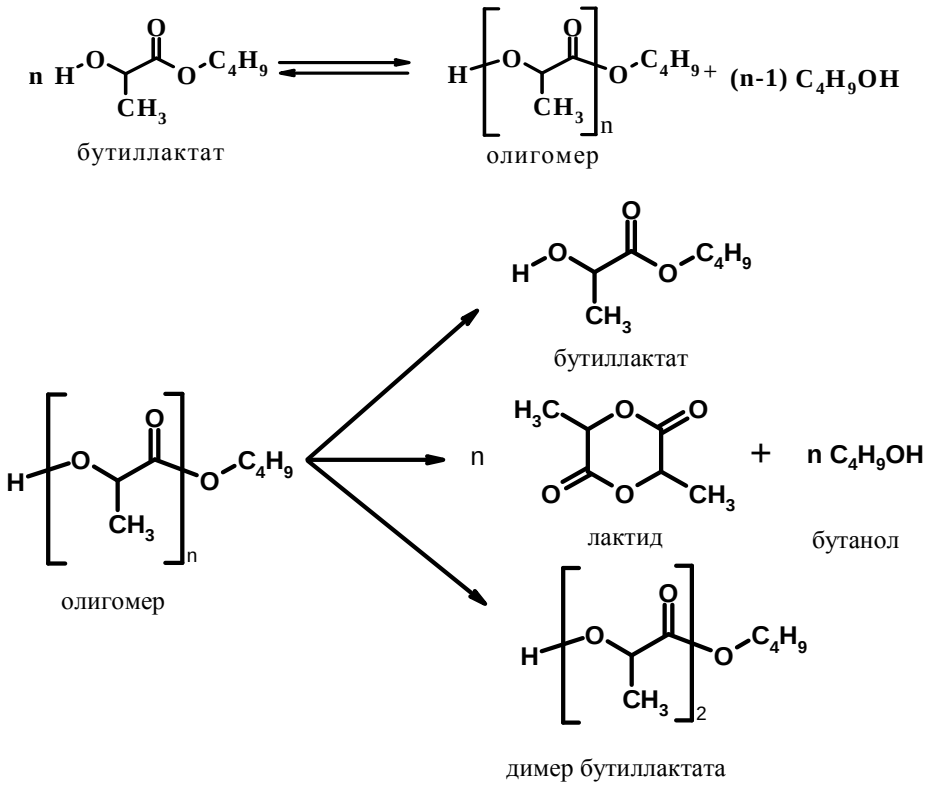

Рис.1 Схема превращений бутиллактата в лактид

Молекула лактида имеет 2 хиральных центра, в результате чего возможно получение оптических изомеров: L-лактида, D-лактида и M-лактида (Рис. 2). В качестве исходного сырья в данной работе использовался L-бутиллактат, но на ряду с получением L - лактида возможно получение M – лактида в результате протекания побочной реакции рацемизации.

Рис. 2 Изомеры лактида

Сначала была проведена сравнительная оценка эффективности различных катализаторов в реакциях олигомеризации и деполимеризации, в результате которой был выбран наилучший – $SnCl_4$. Исследование активности катализаторов в реакции олигомеризации бутилактата проводили в реакторе с мешалкой (автоклав) под давлением, при 175°С и при одинаковом соотношении г-атомов активного металла к массе исходного бутиллактата, которое составило 2,47 мкг-ат/г. Активность катализатора оценивали по скорости образования сопутствующего продукта – бутанола (рис.3).

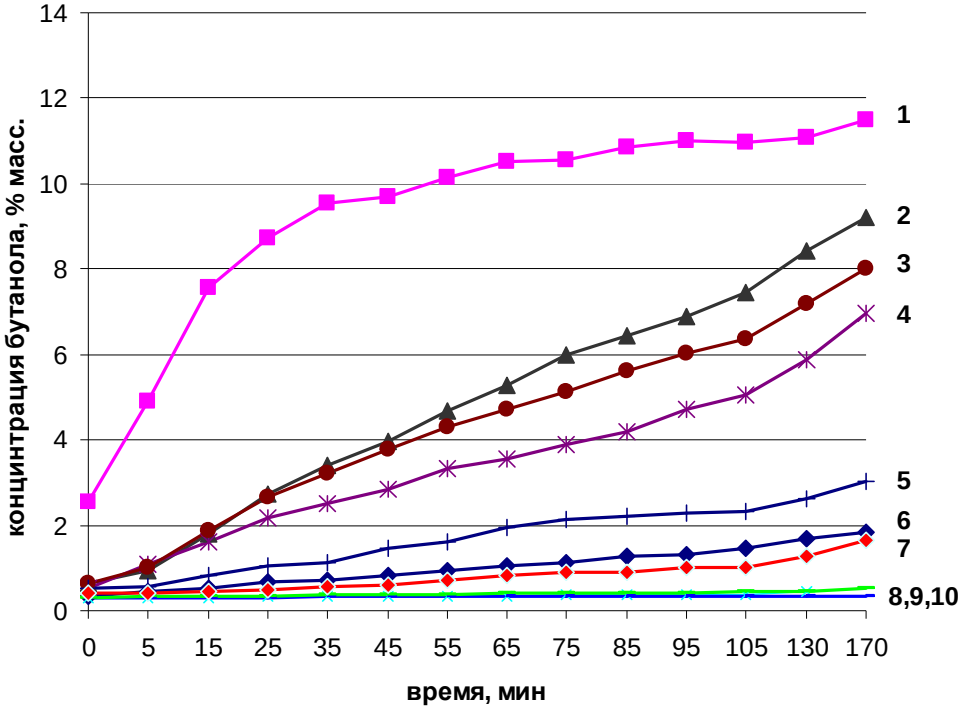

Рис. 3. Кинетические кривые накопления бутанола в присутствии различных катализаторов: 1 – хлорид олова, 2 – дибутилдилаурат олова (IV), 3 – хлорид титана (IV), 4 – тетрабутокститан, 5 – октоат олова, 6 – ацетат цинка, 7 – триизопропоксид алюминия, 8 – бутилат магния, 9 – оксид олова (IV), 10 –оксид церия (IV).

Самыми активными катализаторами являются хлорид олова (IV), дибутилдилаурат олова (IV), хлорид титана (IV) и тетрабутокститан.

Далее был проведен поиск оптимальных условий синтеза олигомера в присутствии (0,2%масс.) лучшего катализатора – хлорида олова (IV). Процесс проводили при атмосферном давлении сравнивая реакторы периодического (аппарат с мешалкой, роторно-пленочный испаритель) и непрерывного (роторно-пленочный испаритель) действия при подаче инертного газа в реакторы и без него. Было установлено, что максимальные удельная производительность (отнесенная к единице поверхности нагрева) и степень конверсии бутиллактата в процессе олигомеризации достигаются при по-

степенном увеличении удельного расхода азота от 0 до 0,1 мл/(г·мин). Лучшие результаты (производительность по превращенному бутиллактату 30 г/(мин·м^2); степень олигомеризации n = 12) были получены в периодическом реакторе с мешалкой при температуре 200°С.

При найденных ранее оптимальных условиях в периодическом реакторе с мешалкой были исследованы лучшие катализаторы. Концентрация катализаторов во всех экспериментах составляла 0,002521 г-атом активного металла на кг бутиллактата. Результаты представлены в табл. 1.

Таблица 1

Результаты синтеза олигомеров в присутствии различных катализаторов

Катализатор	Металл	τ, мин	G, (г олигомера)/(г-атом металла·мин)	W, %
Хлорид олова (IV)	**Sn (IV)**	**270**	**657**	**83,49**
Тетрабутокститан	Ti (IV)	510	350	76,58
Дибутилдилаурат олова (IV)	Sn (IV)	400	426	80,32
Хлорид титана (IV)	Ti (IV)	430	393	79,56

W – выход олигомера от теоретически возможного, %.

Как следует из табл.1, максимальная производительность (G) и максимальный выход олигомера (W) достигается в присутствии хлорида олова (IV).

Поиск оптимальных условий синтеза лактида из олигомеров бутилового эфира молочной кислоты проводили в реакторе с мешалкой периодического действия и в роторно-пленочных испарителях (РПИ) периодического и непрерывного действия. С целью упрощения процесса, а также снижения отходов производства, процесс деполимеризации проводили в присутствии хлорида олова (IV), внесенного еще на стадии олигомеризации. Для этого на первом этапе был получен олигомер с молекулярной массой 940 г/моль (n=12) и концентрацией хлорида олова (IV) в олигомере 0,45%масс., который использовали для всей серии экспериментов.

На рис. 4-7 приведены зависимости влияния температуры и остаточного давления на удельную производительность (отнесенную к единице поверхности нагрева) установок деполимеризации различного типа и выход побочного продукта – мезолактида.

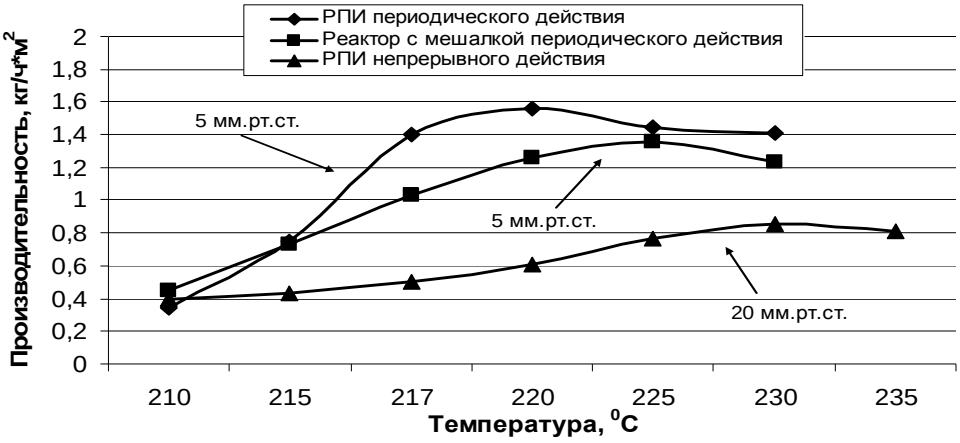

Рис. 4. Зависимость производительности установок от температуры реакции (остаточное давление 5 мм.рт.ст. для РПИ периодического действия и реактора с мешалкой периодического действия и 20 мм.рт.ст. для РПИ непрерывного действия)

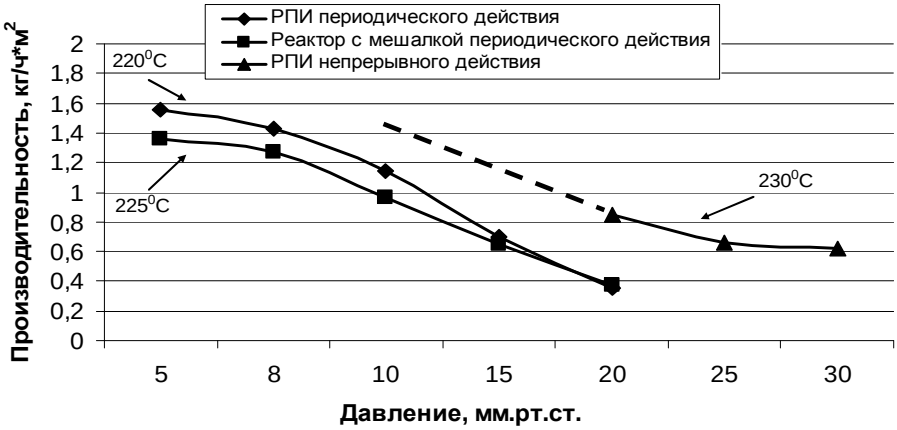

Рис. 5. Зависимость производительности установок от остаточного давления в реакторе (Температура 220°С для РПИ периодического действия, 225°С для реактора с мешалкой периодического действия, 230 °С для РПИ непрерывного действия)

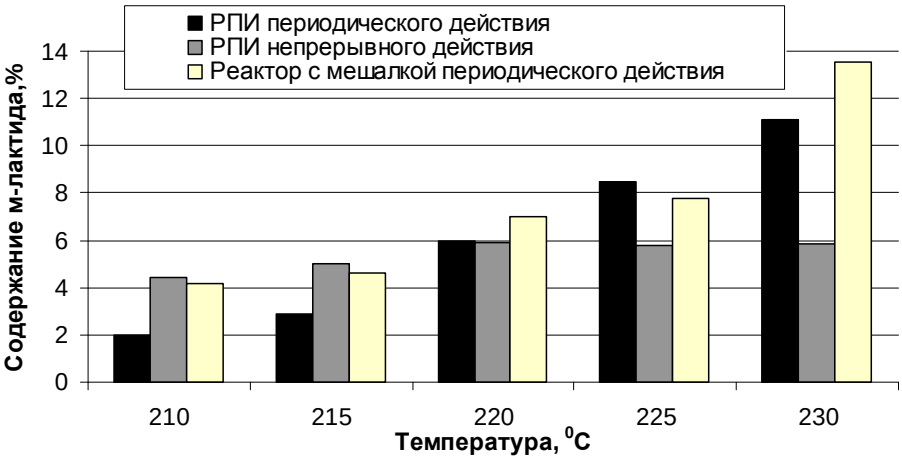

Рис. 6. Зависимость выхода мезо-лактида от температуры реакции (остаточное давление 5 мм.рт.ст. для РПИ периодического действия и реактора с мешалкой периодического действия и 20 мм.рт.ст. для РПИ непрерывного действия)

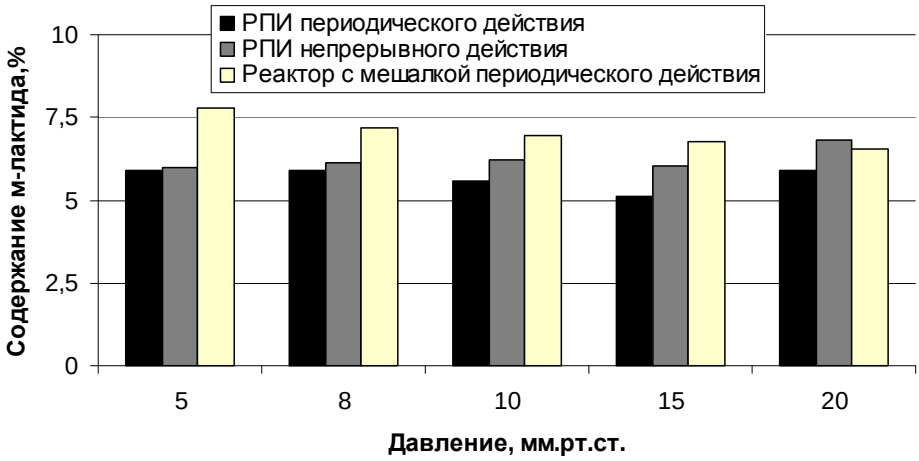

Рис. 7. Зависимость выхода мезо-лактида от давления в реакторе (Температура 220°С для РПИ периодического действия, 225°С для реактора с мешалкой периодического действия, 230 °С для РПИ непрерывного действия)

Как видно из полученных данных, максимальная производительность установки по L-лактиду – 1560 г/(мин·м^2), достигается в роторно-пленочном испарителе периодического действия при температуре 220°С и остаточном давлении 5 мм.рт.ст. В этом же реакторе выход мезо-лактида растет с увеличением температуры, а остаточное давление практически не влияет на его выход. Однако эксперименты, выполненные в РПИ непрерывного действия при вакууме глубже 20 мм.рт.ст., не были использованы для расчета производительности установки, т.к. при меньших давлениях поверхности холодильника-конденсатора не хватало для полной конденсации паров, что приводило к большому уносу продукта в линию вакуума. При устранении данного конструктивного недостатка в РПИ непрерывно действия можно ожидать производительность большую чем в других реакторах (предполагаемая пунктирная линия на рис. 3), об этом свидетельствует тот факт, что уже при 20 мм.рт.ст. производительность РПИ непрерывно действия превышает более, чем в два раза производительность реакторов других типов.

С целью сравнения эффективности лучших катализаторов олигомеризации (хлорид олова (IV), дибутилдилаурат олова (IV), хлорид титана (IV) и тетрабутоксититан (табл. 1)), в процессе деполимеризации олигомера в лактид была проведена серия экспериментов по исследованию их активности. Эксперименты проводили при найденных оптимальных условиях стадии деполимеризации. Результаты представлены в табл. 2.

Таблица 2

Результаты исследования активности разных катализаторов на стадии деполимеризации олигомеров бутилового эфира молочной кислоты (РПИ периодического действия, 220°С, 5 мм.рт.ст.)

Катализатор	Синтез лактида				Качество лактида	
	τ	$X_{ОЛ}$	$\omega_{ср}$	W_L, %	L-лактид (%масс.)	М-лактид (%масс.)
Хлорид титана (IV)	2,5	75,0	30,0	52,7	70,3	10,8
Тетрабутокстититан	3,5	79,5	22,7	54,4	68,4	9,9
Дибутилдилаурат олова (IV)	2,5	79,4	31,8	52	65,5	6,0
Хлорид олова (IV)	1,0	89,1	89,1	73,2	82,1	6,0

где: τ – общее время процесса, ч; $X_{ОЛ}$ – степень конверсии олигомера, %масс.; $\omega_{ср}$ – средняя скорость расходования олигомера, %/час; W_L – выход L-лактида, %.

Полученные результаты свидетельствуют о том, что лучшими катализаторами на стадии деполимеризации, как по скорости превращения олигомера, так и по содержанию побочного продукта (мезо-лактида) являются $SnCl_4$ и дибутилдилаурат олова (IV).

Таким образом, обобщая результаты исследований, можно утверждать, что наилучшим катализатором для осуществления обеих стадий является хлорид олова (IV). В присутствии данного катализатора суммарное время (5,5 ч) обеих стадий в 1,5-2 раза меньше, чем при использовании других катализаторов. Качество полученного лактида также является одним из лучших. Состав лактида-сырца при использовании $SnCl_4$ в концентрации 0,2% следующий (% масс): L-лактид – 82,1; м-лактид – 6,0; бутиллактат – 5,4; димер бутиллактата – 6,5.

Для определения оптимальной концентрации $SnCl_4$ была проведена серия двухстадийных экспериментов с варьированием концентрации катализатора при найденных ранее наилучших условиях на стадиях олигомеризации и деполимеризации, при которых достигался максимальный выход и производительность. Результаты экспериментов приведены в табл. 3.

Таблица 3

Результаты экспериментов при варьировании начальной концентрации хлорида олова (IV) в исходном бутиллактате

$C_{kt,}$	Стадия синтеза олигомера			Стадия синтеза лактида			Содержание м-лактида, %
	τ, мин	$X_{БЛ}$	$\omega_{ср}$	τ, мин	$X_{ОЛ}$	$\omega_{ср}$	
0,20	270	84,6	0,31	60	89,1	89,1	6,0
0,10	280	84,1	0,30	60	88,5	88,5	5,5
0,075	285	85,7	0,30	60	87,7	87,7	5,2
0,05	285	84,5	0,30	65	90,6	83,3	5,1
0,04	**295**	**82,5**	**0,28**	**70**	**90,0**	**76,9**	**4,5**
0,03	390	77,5	0,20	79	75,5	56,8	3,2
0,02	440	70,1	0,16	90	66,3	44,2	2,0
0,01	480	60,6	0,13	110	50,2	27,4	1,1

где C_{kt} – концентрация катализатора в исходном бутиллактате, %масс; $X_{БЛ}$ – конверсия бутиллактата, %; $X_{ОЛ}$ –конверсия олигомера, %; $\omega_{ср}$ – средняя скорость превращения бутилактата или олигомера, %/мин.

По результатам экспериментов определена оптимальная начальная концентрация хлорида олова 0,04% масс. Оптимум обусловлен двумя причинами:

– при начальной концентрации $SnCl_4$ меньшей 0,04% скорости как олигомеризации бутиллактата, так и деполимеризации олигомера изменяются пропорцианально концентрации катализатора;

– при начальной концентрации хлорида олова выше 0,04% скорость олигомеризации бутиллактата практически не увеличивается, а скорость деполимеризации увеличивается незначительно, но при этом имеет место заметное падение селективности, вследствие чего концентрация мезо-лактида в лактиде-сырце превышает значение 5%. Это в дальнейшем приведет к усложнению процесса выделения L-лактида из сырца.

Из литературы известно, что для получения высококачественного полимера с молекулярной массой, превышающей 100000 г/моль, требуется лактид, в котором количество примесей гидроксилсодержащих соединений (в данном случае бутиллактата и димера бутиллактата) не должно превышать 0,01% масс., а воды – 100 ppm. В то же время содержание мезо-лактида не должно превышать 5%масс.

Как показали предварительные эксперименты, лактид-сырец, получаемый не из молочной кислоты, а из бутиллактата, не содержит воды и молочной кислоты. В связи

с этим, основной задачей на стадии очистки явилось удаление из лактида-сырца примесей бутиллактата, димера бутиллактата и мезо-лактида.

Для проведения всех экспериментов по очистке была наработана партия лактида-сырца, при найденных ранее оптимальных условиях синтеза, следующего состава, %масс.: L-лактид – 79,24; мезо-лактид – 4,51; бутиллактат – 6,91; димер бутиллактата – 9,34, который в дальнейшем использовался для поиска методов и условий очистки.

Очистку лактида-сырца проводили методами перегонки, ректификации и выплавления. Результаты, полученные при простой перегонке, показали, что данный метод может быть использован как первая ступень очистки с целью быстрого и простого отделения бутиллактата и тяжелых примесей с получением лактида-сырца состава, %масс.: L-лактид – 87,6; мезо-лактид – 4,42; димер бутиллактата – 8,51.

Результаты исследования процесса очистки методом ректификации (с варьированием числа тарелок, флегмового числа, вакуума) показали, что данный метод не позволяет получить лактид требуемого качества. Проведенные предварительные эксперименты с использованием альтернативных методов очистки (кристаллизация из расплава и из раствора, выплавление и др.), выявили, что лучшие показатели достигаются при очистке лактида-сырца методом парциального выплавления примесей. Однако, несмотря на достаточно эффективное удаление примесей данным методом, он все же имел серьезный недостаток – очень большая длительность процесса (около 24 ч). С целью интенсификации процесса выплавления и поиска условий, позволяющих получить лактид полимеризационной чистоты был предложен прием – продувка инертного газа через очищаемый лактид, позволяющий существенно интенсифицировать процесс выплавления. Эксперименты по оптимизации процесса выплавления проводили на установке, изображенной на рис. 8.

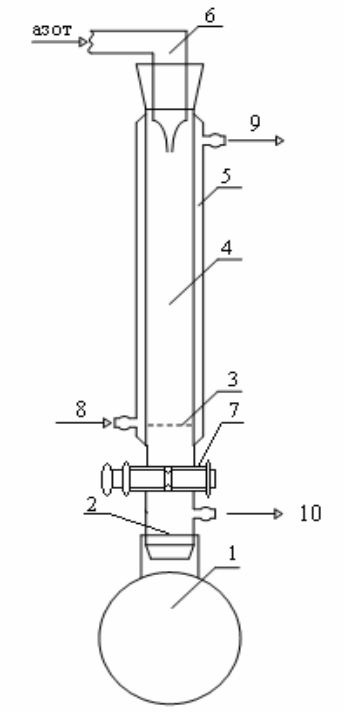

Рис. 8. Установка отчистки лактида:

1 – колба приемник; 2 – кристаллизатор; 3 – решетка; 4 – зона кристаллизации/плавления; 5 – рубашка; 6 – линия азота; 7 – кран; 8,9 – линии циркуляции горячей воды; 10 – линия вакуума.

Лактид-сырец в виде расплава при температуре 60°С загружали в трубное пространство 4 и присоединяли линию подачи азота 6. В рубашку 5 подавали теплоноситель (вода) с начальной температурой 60^0С, при которой лактид кристаллизовался в трубном пространстве (4). Температуру в рубашке 5 регулировали при помощи термостата. После полной кристаллизации лактида-сырца начинали процесс выплавления примесей. На линии 10 создавали вакуум (30 мм.рт.ст.) и устанавливали заданный расход азота. Процесс выплавления проводили при постепенном увеличении температуры теплоносителя (с заданной скоростью) до температуры $97{,}7^0$С (температура плавления чистого L-лактида), при этом выплавляемые примеси стекали в колбу 1. По достижении температуры $97{,}7^0$С колбу 1 заменяли на новую и выплавляли целевую фракцию при температуре 99^0С. Были проведены несколько серий экспериментов при варьировании скорости нагрева и удельного расхода азота, приведенного к массе лактида-сырца. Сводные результаты экспериментов приведены на рис. 9 и 10.

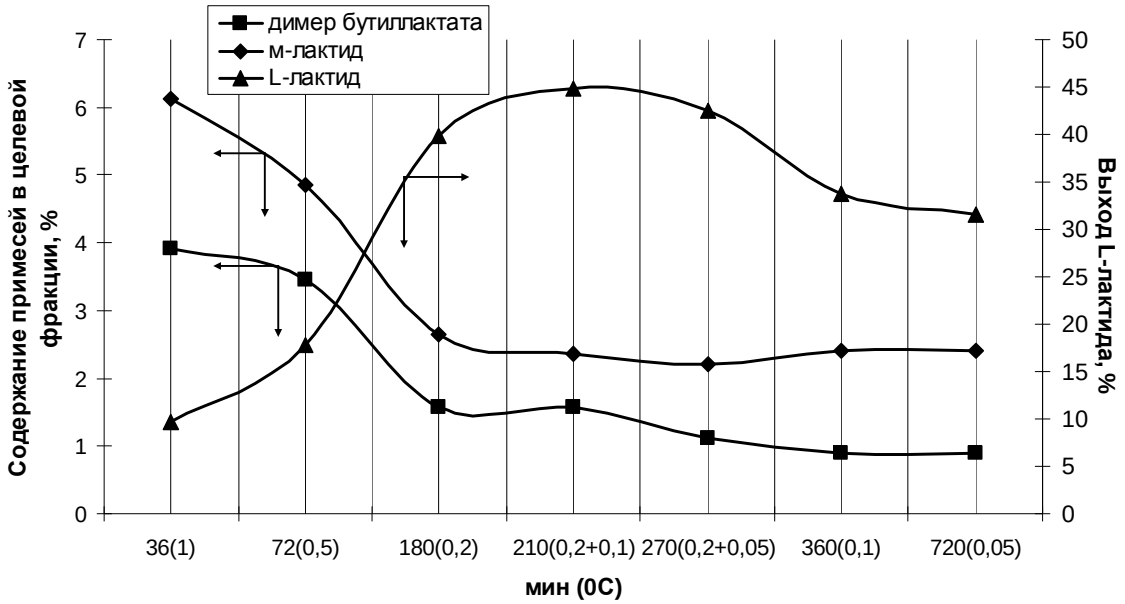

Рис. 9. Зависимость выхода L-лактида и содержания в нем примесей в зависимости от времени выплавления, мин. (в скобках приведена скорость подъема температуры, °С/мин) при расходе азота через аппарат 30 мл/мин (0,55 $мин^{-1}$).

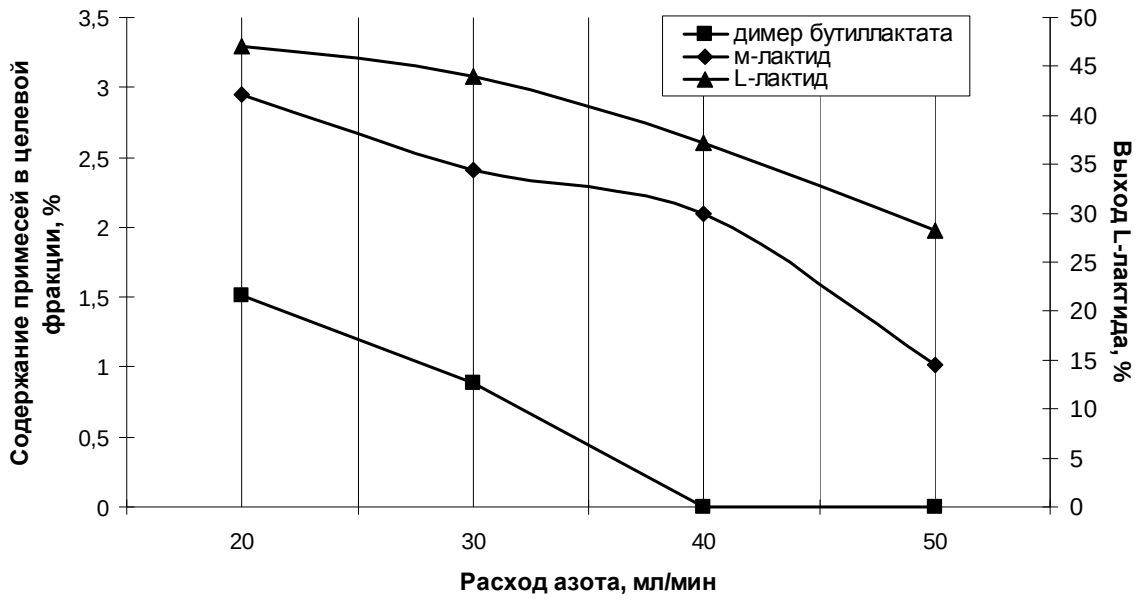

Рис. 10. Зависимость выхода L-лактида и содержания в нем примесей в зависимости от расхода азота, при режиме подъема температуры: от 60 до 90°С – 0,2°С/мин., и от 90 до 97°С – 0,1°С/мин.

Установлено, что зависимость выхода лактида и его качество (содержание примесей) от скорости нагреваа имеет четкий максимум. Однако даже и в этом случае не удалось получить лактид полимеризационной чистоты. В связи с этим были проведены эксперименты по варьированию скорости подачи азота в аппарат.

Лучший результат – максимальный выход L-лактида полимеризационной чистоты (37,2%) без содержания димера бутиллактата может быть достигнут при дробном увеличении скорости поднятия температуры теплоносителя (от 60 до 90°С – 0,2°С/мин, и от 90 до 97°С – 0,1°С/мин.) и при расходе азота через аппарат равном 40 мл/мин (удельный расход азота 0,65 мл/(г·мин)).

Несмотря на то, что выход высококачественного лактида относительно низкий, получаемые нецелевые фракции стадии выплавления содержат достаточно много целевого продукта, который может быть возвращен в процесс. Для подтверждения этого была проведена серия экспериментов по рециклу всех нецелевых фракций, образующихся на всех стадиях процесса получения лактида из бутиллактата. Самым простым решением является возврат их на стадию олигомеризации.

Комплексный эксперимент по получению лактида полимеризационной чистоты, состоящий из семи полных циклов, позволил сделать вывод, что выход L-лактида на взятый бутиллактат по циклам меняется незначительно и находится на уровне 75 %

(рис.11). Содержание мезо-лактида в лактиде-сырце после стадии деполимеризации возрастает от 1 к 5 циклу, а затем выходит на постоянное значение в 10 % масс. (рис. 12).

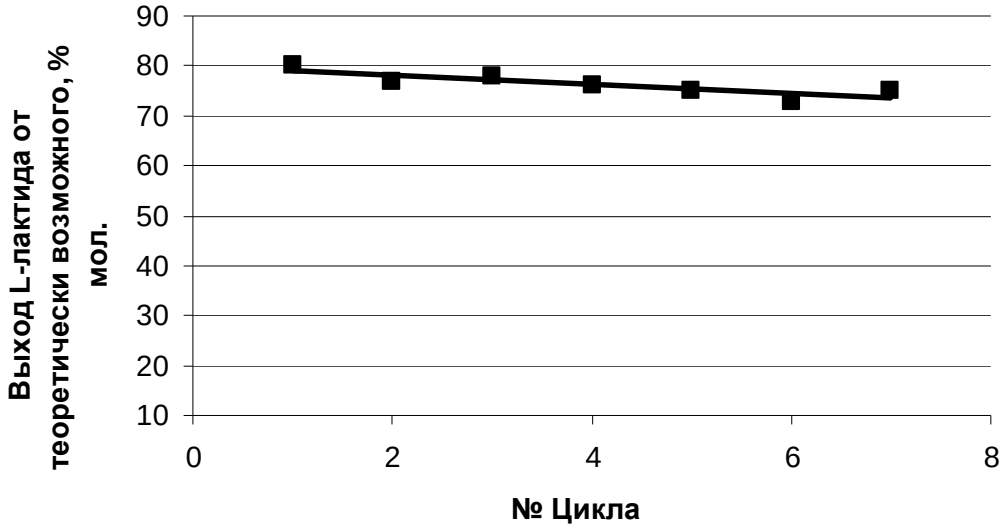

Рис. 11. Выход L-лактида от теоретически возможного в семи циклах.

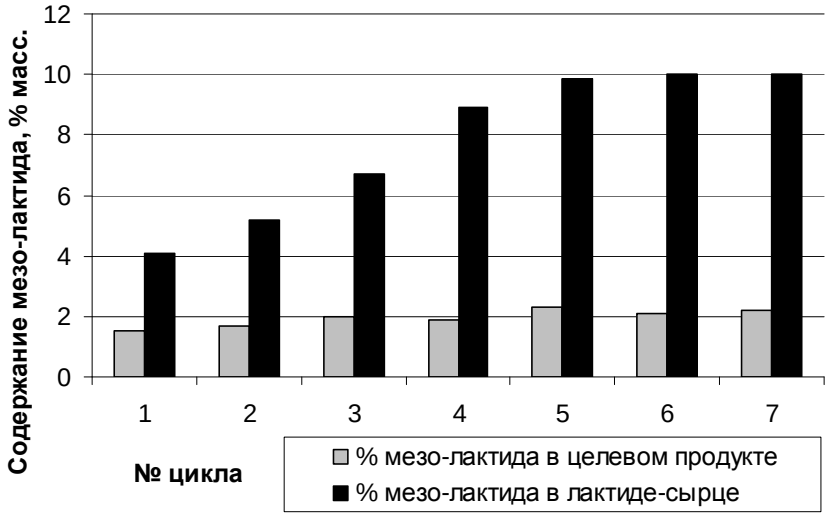

Рис. 12. Соотношение содержания мезо-лактида в лактиде-сырце и в целевом продукте в зависимости от номера цикла.

В четвертой главе проведен оценочный расчет и подбор необходимого технологического оборудования для создания опытно-промышленной установки мощностью 200 т/год по лактиду полимеризационной чистоты и предложена принципиальная технологическая схема. Для создания непрерывной технологии потребуется 6 реакторов объемом 0,26 м^3 (фирмы De Dietrich) для стадии синтеза олигомера, 4 роторно-пленочных испарителя (фирмы UIC Gmbh) с производителностью 170 кг/ч по исход-

ному сырью для стадии производства лактида-сырца, 6 роторно-пленочных испарителей (фирмы UIC Gmbh) с производительностью 150 кг/ч по исходному сырью для стадии перегонки лактида-сырца, 5 установок для выплавления примесей с объемом трубного пространства 0,13 $м^3$ (для данной цели подойдут стандартные теплообменники с числом труб 316, имеющих внутренний диаметр 16 мм и длину 2 м).

ВЫВОДЫ

1. Найден новый эффективный катализатор ($SnCl_4$) превращения бутилового эфира молочной кислоты в лактид, катализирующий, как стадию олигомеризации бутиллактата, так и стадию деполимеризации олигомера бутиллактата.

2. Найдены оптимальные условия осуществления стадий олигомеризации и деполимеризации в присутствии данного катализатора, позволяющие сократить общее время процесса в два раза по сравнению с известными катализаторами.

3. Разработан новый способ очистки лактида-сырца, позволяющий существенно интенсифицировать процесс удаления примесей (сокращение времени процесса очистки в 5 раз), с получением лактида полимеризационной чистоты.

4. Предложена технология получения лактида из бутилового эфира молочной кислоты с рециклом катализатора, побочных и сопутствующих продуктов на стадию олигомеризации, позволяющая достичь 75%-ный выход лактида из бутиллактата.

5. Проведен оценочный расчет необходимого технологического оборудования для создания промышленной технологии мощностью 200 т/год по лактиду полимеризационной чистоты.

ОСНОВНОЕ СОДЕРЖАНИЕ ДИССЕРТАЦИИ ОТРАЖЕНО В СЛЕДУЮЩИХ РАБОТАХ

1. Khlopov D.S., Varlamova E.V., Emelianova I.S., Kozlovsky R.A., Kozlovsky I.A., Suchkov J.P., Kolbakov V.V., Shvets V.F. Reactors for synthesis of lactide // XVIII International Conference on Chemical Reactors CHEMREACTOR-18, Malta-Bugibba, September 29 – October 3, 2008, PP-V-6, P.467-468.

2. Khlopov D.S., Kozlovsky R.A., Shvets V.F., Suchkov J.P. Reactors for synthesis of lactide from butyl lactate // XIX International Conference on Chemical Reactors CHEMREACTOR-19, Austria-Vienna, September 5 – 9, 2010, PP-III-28, P.490-491.

3. Khlopov D.S., Shvets V.F., Kozlovsky R.A., Suchkov J.P. Process for the preparation of L-lactide // International conference Catalysis for Renewable Sources, Russia-St. Petersburg, June 28 – July 2, 2010, PP-24, P. 113.

4. Khlopov D.S.,. Shvets V.F., Kozlovsky R.A., Suchkov J.P. Process for preparation of lactide from butyl lactate // International Conference Utilization of biomass for fuels and chemicals UBIOCHEM I, Spain-Cordoba, September 13 – 15, 2010, PP-47, P.72.

5. Хлопов Д.С., Швец В.Ф., Козловский Р.А., Сучков Ю. П. Разработка технологии получения лактида // Химическая промышленность сегодня. 2011. № 4. С. 12-17.

6. Заявка на патент РФ RU2011113392. Способ получения L-лактида. / Швец В.Ф., Козловский Р.А., Сучков Ю.П., Козловский И.А., Хлопов Д.С. Заявлено 07.04.2011.

7. Хлопов Д.С., Швец В.Ф., Козловский Р.А., Сучков Ю.П., Варламова Е.В. Процесс получения лактида // III Российская конференция Актуальные проблемы нефтехимии, Россия-Звенигород, Октябрь 27-30, 2009, с.74-75.

8. Хлопов Д.С., Варламова Е.В., Швец В.Ф., Сучков Ю.П. Получение лактида из бутилового эфира молочной кислоты // Сб. науч. тр. «Успехи в химии и химической технологии». М.:Изд. центр РХТУ им Д.И. Менделеева. 2008. №6. С.70-74.

9. Хлопов Д.С., Варламова Е.В., Швец В.Ф. Выделение и очистка лактида методом перекристаллизации из расплава // Сб. науч. тр. «Успехи в химии и химической технологии». М.:Изд. центр РХТУ им Д.И. Менделеева. 2009. №6. С.70-74.

10. Хлопов Д.С., Варламова Е.В., Швец В.Ф., Сучков Ю.П. Реактора для получения лактида // Сб. науч. тр. «Успехи в химии и химической технологии». М.:Изд. центр РХТУ им Д.И. Менделеева. 2010. №6. С.14-19.

11. Хлопов Д.С., Варламова Е.В., Швец В.Ф. Разработка аппаратурного оформления производства лактида для синтеза биоразлагаемых полимерных материалов // Всероссийская конференция «Молодые Ученые и инновационные химические технологии» Тезисы докладов, М.:Изд. центр РХТУ им Д.И. Менделеева. 2007. С.49-50.