

República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial.

(21) **PI0616183-9 A2**

(22) Data de Depósito: 07/09/2006
(43) Data da Publicação: 07/06/2011
(RPI 2109)



(51) *Int.Cl.:*
C07C 17/02 2006.01
C07C 19/045 2006.01

(54) Título: **PROCESSO PARA OPERAÇÃO DE UMA COLUNA DE DESTILAÇÃO PARA A PURIFICAÇÃO DE 1,2-DICLOROETANO E PARA A CONCENTRAÇÃO ACOPLADA DE SOLUÇÃO DE SODA CÁUSTICA ATRAVÉS DE EVAPORAÇÃO**

(30) Prioridade Unionista: 15/09/2005 DE 10 2005 044 177.7

(73) Titular(es): Uhde GMBH, Vinnolit GmbH & CO.KG

(72) Inventor(es): MICHAEL BENJE, PETER KAMMERHOFER, SVEN PETERSEN

(74) Procurador(es): Dannemann, Siemsen, Bigler & Ipanema Moreira

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006008703 de 07/09/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/031223 de 22/03/2007

(57) Resumo: PROCESSO PARA OPERAÇÃO DE UMA COLUNA DE DESTILAÇÃO PARA A PURIFICAÇÃO DE 1,2-DICLOROETANO E PARA A CONCENTRAÇÃO ACOPLADA DE SOLUÇÃO DE SODA CÁUSTICA ATRAVÉS DE EVAPORAÇÃO. A presente invenção refere-se a um processo para operação de uma coluna de destilação para a remoção de água e componentes com um ponto de ebulição menor do que o 1,2-dicloroetano do 1,2-dicloroetano no qual pelo menos parte do calor da condensação dos vapores aquosos da coluna de destilação é usada para concentrar a solução de soda cáustica através de evaporação; além disso, pelo menos parte do 1,2-dicloroetano formado quando cloro e etileno reagem em uma unidade de cloração direta é usada para aquecer a referida coluna de destilação e pode, subsequentemente, também ser usada como um fluido de transferência de calor para concentrar a solução de soda cáustica através de evaporação. um anel heterocíclico não-aromático, não-substituído ou substituído or um ou dois substituintes, selecionados do grupo que consiste em C(0)O- alquila inferior, alquila inferior, alquila inferior substituída por halogênio, ci- loalquila, hidróxi, halogênio, N(R)C(0)-alquila inferior, -(CH₂) n-O-alquila inferior, ou por um anel heterocíclico aromático; R é hidrogênio, hidróxi, ou alquila inferior, em que R pode ser o mesmo u diferente no caso de R²; "/R" são independentemente um do outro hidrogênio ou alquila inferior; é O,1,2,3 ou 4; m é 1,2 ou 3; e com seus sais de adição de ácido farmacologicamente aceitáveis. Foi constatado que esta classe de compostos apresenta alta afinidade e seletividade com relação aos sítios de ligação de receptor de GABA A $\alpha 5$ e poderia ser útil como realçador cognitivo ou para o tratamento de dis- túrbios cognitivos como a doença de Alzheimer.



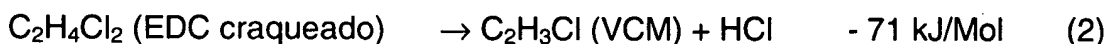
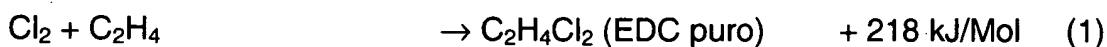
PI0616183-9

Relatório Descritivo da Patente de Invenção para "PROCESSO PARA OPERAÇÃO DE UMA COLUNA DE DESTILAÇÃO PARA A PURIFICAÇÃO DE 1,2-DICLOROETANO E PARA A CONCENTRAÇÃO ACOPLADA DE SOLUÇÃO DE SODA CÁUSTICA ATRAVÉS DE EVAPORAÇÃO".

5

A presente invenção refere-se a um processo para a produção de 1,2-dicloroetano, aqui depois referido como EDC. EDC é primariamente usado como um produto intermediário na produção de cloreto de vinila monomérico, aqui depois referido como VCM o qual, por sua vez, é usado para produzir cloreto de polivinila (PVC). Quando EDC reage para formar VCM, cloreto de hidrogênio (HCl) é obtido. Conseqüentemente, EDC é, de preferência, produzido a partir de etileno (C₂H₄) e cloro (Cl₂) de uma maneira a manter um equilíbrio entre o cloreto de hidrogênio (HCl) produzido e aquele consumido nas reações, conforme mostrado nas equações de reação a seguir:

15



20

O processo para a produção de VCM com um equilíbrio adequado de HCl, aqui depois referido como "processo de VCM equilibrado", compreende:

25

30

- uma etapa de cloração direta, na qual uma parte do EDC requerido é produzida a partir de etileno (C₂H₄) e cloro (Cl₂) e gerado como EDC puro; utilização do calor de reação produzido nessa etapa de cloração direta é um aspecto central da invenção;
- uma etapa de oxicloração, na qual o resto do EDC é produzido a partir de etileno (C₂H₄), cloreto de hidrogênio (HCl) e oxigênio (O₂) e gerado como EDC bruto;
- uma etapa de purificação de EDC por fracionamento, na qual o EDC bruto, junto com o EDC reciclado que retorna da etapa de fracionamento de VCM é liberado dos subpro

duos formados nas etapas de oxidação e pirólise de EDC de forma a obter um EDC de alimentação adequado para uso na etapa de pirólise de EDC;

- 5 • uma etapa de pirólise de EDC, na qual o EDC puro é combinado com o EDC de alimentação e a mistura de EDC resultante é termicamente craqueada; o gás craqueado obtido consiste em VCM, cloreto de hidrogênio (HCl) e EDC não reagido, bem como subprodutos;
- 10 • uma etapa de fracionamento de VCM, na qual o VCM puro desejado como um produto é separado do gás craqueado e as outras substâncias principais contidas no mesmo, isto é, cloreto de hidrogênio (HCl) e EDC não reagido, são recuperadas como recicláveis e retornados ao processo de VCM equilibrado como alimentação reutilizável na forma de HCl reciclado ou EDC reciclado.

15 O cloro (Cl_2) requerido para a etapa de cloração direta normalmente é produzido em uma unidade de eletrólise de cloreto de sódio (NaCl), com soda cáustica (NaOH) com uma concentração de cerca de 33% proporcionada como co-produto. Em virtude da alta toxicidade do cloro (Cl_2) produzido, transporte sobre longas distâncias é evitado onde possível. Conseqüentemente, o cloro (Cl_2) requerido para a etapa de cloração direta frequentemente é produzido na proximidade da unidade de cloração direta.

20 Comumente, sabe-se que os constituintes diversos formados no gás craqueado durante a etapa de pirólise de EDC reduz a pureza do produto de VCM. Remoção desses constituintes de forma a melhorar a pureza do VCM é onerosa. Conseqüentemente, EDC craqueado, o qual foi grandemente liberado de tais impurezas, é usado na etapa de pirólise de EDC. Do grande número de técnicas que existem para prevenção ou, se necessário, remoção de tais subprodutos e/ou constituintes prejudiciais, referência é feita, em particular, à especificação de patente WO 01/34542 A2 e, especialmente, ao estado da técnica descrita na mesma. Isso mostra que o calor liberado quando etileno (C_2H_4) e cloro (Cl_2) reagem para formar EDC durante

25

30

o processo de cloração direta é suficiente para operar as colunas de purificação para o EDC produzido no "processo de VCM equilibrado".

Contudo, uma desvantagem do processo descrito na mesma é que o calor de reação usado para aquecer as colunas de purificação requer a extração de uma quantidade correspondente de calor de forma a condensar os vapores. Isso é feito de acordo com um método convencional no estado da técnica, usualmente por meio de água de resfriamento, a qual deve ser fornecida em grandes quantidades. Contudo, mesmo se as colunas de purificação não são operadas pelo calor liberado que se origina do calor de reação da unidade de cloração direta, água de resfriamento deve ser proporcionada em grandes quantidades de forma a condensar os vapores das colunas de purificação.

Conseqüentemente, a finalidade da invenção é otimizar adicionalmente a utilização do calor liberado do "processo de VCM equilibrado" e reduzir substancialmente o requisito de água de resfriamento.

A invenção obtém essa finalidade através de utilização do calor da condensação dos vapores que se originam da separação destilativa de componentes com ponto de ebulição menor do que o EDC, pelo menos uma parte, para concentrar, por meio de evaporação, a solução de soda cáustica produzida como co-produto durante a produção de cloro. Esse tipo de coluna de destilação, conhecida como uma coluna de destilação para frações leves, é um componente normal do "processo de VCM equilibrado". Nesse processo, os componentes de menor ponto de ebulição a serem separados são, principalmente, água de reação alimentada à coluna de destilação para frações leves durante oxicloração a qual, então, precisa ser separada do EDC, e componentes orgânicos com ponto de ebulição menor do que o EDC.

Em áreas remotas, em particular, os custos de transporte da solução de soda cáustica (NaOH) obtida na unidade de eletrólise de NaCl são um fator importante. Esses custos podem ser substancialmente reduzidos se a solução a aproximadamente 33% obtida é concentrada para uma solução a 50% através de evaporação. Unidades para evaporação da solução de soda cáustica (NaOH) podem, conseqüentemente, por exemplo, ser opera-

das sob um vácuo em uma pressão absoluta de 13300 Pa (133 mbar) e uma temperatura de 60°C. Mesmo em casos onde a unidade de produção de EDC e a unidade de eletrólise de NaCl não estão localizadas próximo uma da outra, vale a pena transportar a solução de soda cáustica a 33% obtida para a unidade de produção de EDC primeiro de forma a concentrar a solução de NaOH em uma unidade de evaporação a vácuo operada pelo EDC. Naturalmente, a solução pode ser evaporada para outras concentrações que não 50%, dependendo dos requisitos do cliente e do calor liberado produzido.

10 Em uma modalidade da invenção, pelo menos parte do EDC formado quando cloro e etileno reagem em uma unidade de cloração direta é usada para aquecer a coluna de destilação para a remoção de água e componentes com um ponto de ebulição menor do que o EDC.

15 Em uma outra modalidade da invenção, pelo menos parte desse EDC o qual foi usado para aquecer a coluna de destilação para a remoção de água e componentes com um ponto de ebulição menor do que o EDC também pode ser usada como um fluido de transferência de calor para concentrar a solução de soda cáustica através de evaporação. Isso é possível porque o nível de temperatura ao qual a coluna de destilação para fiações 20 leves é aquecida é maior do que aquele da unidade de evaporação de soda cáustica e, portanto, é possível reduzir adicionalmente a temperatura dos vapores de EDC condensados durante aquecimento da coluna de destilação através de liberação de energia na unidade de evaporação de soda cáustica.

25 O equipamento de processo e aparelho usados para transferir a energia de condensação consistem no equipamento para processo de VCM equilibrado familiar e o aparelho para concentração da solução de soda cáustica (NaOH) através de evaporação. O último se refere, principalmente, a um permutador de calor de envoltório-e-tubo vertical com duas folhas tubulares fixas e um reservatório de drenagem de NaOH, no qual a solução de 30 soda cáustica (NaOH) flui através dos tubos e os vapores com baixo ponto de ebulição saem dos tubos. A transferência de calor entre o envoltório e o lado do tubo ocorre em um fluxo co-corrente. Os vapores introduzidos na

parte de cima do feixe de tubos se condensam e podem ser extraídos como líquido na parte inferior.

Outro método apropriado de transferência de calor é por meio de um feixe de tubos de permutador de calor inserido no reservatório de drenagem de soda cáustica ou através de um refeedor, por exemplo, do tipo caldeira, posicionado fora do reservatório de drenagem de soda cáustica.

Todos os métodos descritos acima podem também ser usados aditivamente ou em combinação. Se o processo tem de ser usado em combinação com outros processos os quais também incluem evaporação de soda cáustica e, ao fazer isso, diferentes vapores têm de ser usados ao mesmo tempo, o feixe de tubos pode ser dividido horizontalmente. Naturalmente, deve ser assegurado que as correntes individuais de vapores de diferentes colunas de destilação não fiquem misturadas umas com as outras.

De acordo com o princípio descrito no WO 01/34542 A2, a Figura 1 mostra um fluxograma de processo simplificado ilustrando a configuração de uma unidade de purificação de EDC (300) com uma unidade de cloração direta (100) e uma unidade de evaporação de soda cáustica (200) em uma unidade baseada no "processo de VCM equilibrado" onde:

- os vapores da coluna de destilação para frações leves (301) da unidade de purificação de EDC (300) são condensados em uma unidade de evaporação de soda cáustica (200) de acordo com a reivindicação principal,
- a coluna de destilação para frações leves (301) é aquecida pelos vapores de EDC da unidade de cloração direta (100) de acordo com a reivindicação 2, e
- após aquecimento da coluna de destilação para frações leves (301), o condensado dos vapores de EDC é usado na unidade de evaporação de soda cáustica (200) de acordo com a reivindicação 3.

A unidade de cloração direta (100) consiste em um loop cheio de líquido (101), um alimentador de etileno (102), um alimentador para cloro o qual foi dissolvido em EDC (103) - com a pré-dissolução do gás cloro (104)

em EDC líquido (106) em um injetor (105) e, antes disso, o resfriamento do EDC líquido para uma baixa temperatura no dissipador de EDC (107) de modo a melhorar a solubilidade - e além de um tambor de evaporação (108), um dispositivo de descarga para EDC líquido (109) com uma bomba de circulação de EDC (110), um dispositivo de descarga para EDC em vapor (111) e um ponto de alimentação para EDC reciclado (112) - embora, por razões práticas, possam existir mais de um de cada um dos pontos de alimentação e dispositivos de descarga. No loop cheio de líquido (101), o cloro reage com etileno para formar EDC em ebulição, o qual evapora no tambor de evaporação (108) junto com os estoques de alimentação não reagidos e gases constituintes inertes diversos.

Parte do EDC em vapor (113) é alimentada ao refeedor do reservatório de drenagem (302) da coluna de destilação para frações leves (301). A parte do EDC em vapor total (113) extraída da unidade de cloração direta a qual tem de ser alimentada ao refeedor depende do modo de operação empregado pela coluna de destilação para frações leves (301), em particular do respectivo teor de água no EDC bruto (303) e as especificações referentes à pureza de separação e, normalmente, soma em torno de um quinto a um terço da mesma. O EDC em vapor restante (114) é usualmente usado em alguma outra parte no processo de VCM equilibrado ou pode também ser usado para concentrar a solução de soda cáustica através de evaporação.

A temperatura do reservatório de drenagem na coluna de destilação para frações leves (301) é, tipicamente, cerca de 115°C, enquanto que o EDC em vapor pode ser extraído da unidade de cloração direta (100) em torno de 120-125°C. Levando-se em conta essa ligeira diferença na temperatura, dificilmente é possível remover, dessa forma, qualquer calor liberado do EDC além da condensação em si para operar a coluna de destilação para frações leves (301), a qual é porque o condensado de EDC (304), o qual ainda contém EDC em vapor e componentes de gás inerte, é descarregado do refeedor do reservatório de drenagem (302) como uma mistura com múltiplas fases em uma temperatura de aproximadamente 120°C.

O condensado de EDC (304) é enviado para a unidade de evaporação de soda cáustica (200), se necessário após ser misturado com EDC em vapor (115). Na unidade de evaporação, a qual é projetada como um feixe de tubos verticais com um reservatório de drenagem alargado, ele é dirigido ao lado do envoltório (201) do permutador de calor com envoltório-e-tubo (202), enquanto que evaporação do filme que cai da solução de soda cáustica ocorre no lado do tubo em torno de 60°C. Não-condensáveis são descarregados via uma saída de gás inerte (203). Aqui, medidas técnicas adequadas devem ser tomadas para prevenir a formação de misturas de gás explosivas sobre o lado do envoltório (201) do permutador de calor com envoltório-e-tubo (202). Tais medidas são familiares para aqueles versados na técnica e não são um objeto da presente invenção.

O vapor leve (305) da coluna de destilação para frações leves (301) é também enviado à unidade de evaporação de soda cáustica (200), onde ele é condensado no refeedor de imersão (204) instalado no reservatório de drenagem (205) da unidade de evaporação de soda caustica (200). Parte do condensado leve obtido (206) é retornado para a parte superior da coluna de destilação para frações leves (301) como refluxo leve (306) pela bomba de condensado (207) e parte é descarregada como água residual (208). A grande diferença de temperatura entre a unidade de evaporação de soda cáustica (200) a aproximadamente 60°C e a parte superior da coluna de destilação para frações leves (301) a aproximadamente 90°C torna possível um design compacto.

A solução de soda cáustica a 33% (209) é alimentada ao reservatório de drenagem (205) da unidade de evaporação de soda cáustica (200) e concentrada sob vácuo para aproximadamente 50%. A pressão é mantida por meio de uma bomba a vácuo (210), a qual descarrega o vapor de água à medida que ele é liberado (211). Uma bomba de soda cáustica (212) descarrega parte da solução de soda cáustica concentrada como produto NaOH (213) e bombeia a parte restante para o distribuidor de soda cáustica (214), o qual distribui a solução de soda cáustica a ser concentrada para o lado do tubo do permutador de calor com envoltório-e-tubo (202).

A parte inferior contendo EDC (307) da coluna de destilação para fiações leves (301) é enviada para a coluna de destilação para fiações pesadas (308). Nessa coluna e na coluna de vácuo subsequente (309), elas são purificadas adicionalmente de forma familiar. O calor de reação da produção de EDC também pode ser usado benéficamente para aquecer essas colunas, mas isso não é um objeto da presente invenção.

Produto EDC (216) é separado do EDC puro (215) extraído do lado do envoltório (201) do permutador de calor com envoltório-e-tubo (202); o EDC puro restante é bombeado no loop na unidade de cloração direta (100) por meio de uma bomba de EDC (217) e combinado com o EDC líquido (109).

Aqui, o circuito para os vapores da unidade de cloração direta (100) e a coluna de destilação para fiações leves (301) é mostrado por meio de exemplo apenas. Também seria possível usar um refervedor externo na unidade de evaporação de soda cáustica (200) ou dividir para o lado do envoltório (201). Aqui, há alguma liberdade com relação a qual vapor pode ser alimentado a qual componente como um agente de aquecimento - uma coisa que aqueles versados na técnica precisarão otimizar para intensificar a eficiência em cada caso em particular ao mesmo tempo em que, naturalmente, certifica-se de assegurar que correntes de EDC de diferentes qualidades não são misturadas umas com as outras.

Um exemplo típico é mostrado abaixo com base em um cálculo usando simulação: ele é baseado com uma capacidade de 400 000 tpy de EDC. Com esse tamanho de unidade, uma produção térmica de aproximadamente 3,9 PM pode ser obtida na coluna de destilação para fiações leves em uma pressão de descarga de 115 Pa (1,15 bar) abs. e uma temperatura de aproximadamente 91°C para uso na unidade de evaporação de soda cáustica, permitindo que aproximadamente 6,8 t/h de solução de soda cáustica (calculado como 100%) sejam concentrados de 33 para 50% em peso.

5,2 PM da unidade de cloração direta são introduzidos no refervedor do reservatório de drenagem de forma a operar a coluna de destilação para fiações leves, somando 30% do calor de reação total.

Listagem de números de referência usados

	100	unidade de cloração direta
	101	loop cheio de líquido
	102	alimentador de etileno
5	103	cloro dissolvido
	104	gás cloro
	105	injetor
	106	EDC líquido
	107	refervedor de EDC
10	108	tambor de evaporação
	109	EDC líquido
	110	bomba de circulação de EDC
	111	EDC em vapor
	112	EDC reciclado
15	113	EDC em vapor
	114	EDC em vapor
	115	EDC em vapor
	200	unidade de evaporação de soda cáustica
	201	lado do envoltório
20	202	permutador de calor com envoltório-e-tubo
	203	saída de gás inerte
	204	refervedor de imersão
	205	reservatório de drenagem
	206	condensado leve
25	207	bomba de condensado
	208	água residual
	209	solução de soda cáustica a 33%
	210	bomba a vácuo
	211	vapor de água
30	212	bomba de soda cáustica
	213	Produto NaOH
	214	distribuidor de soda cáustica

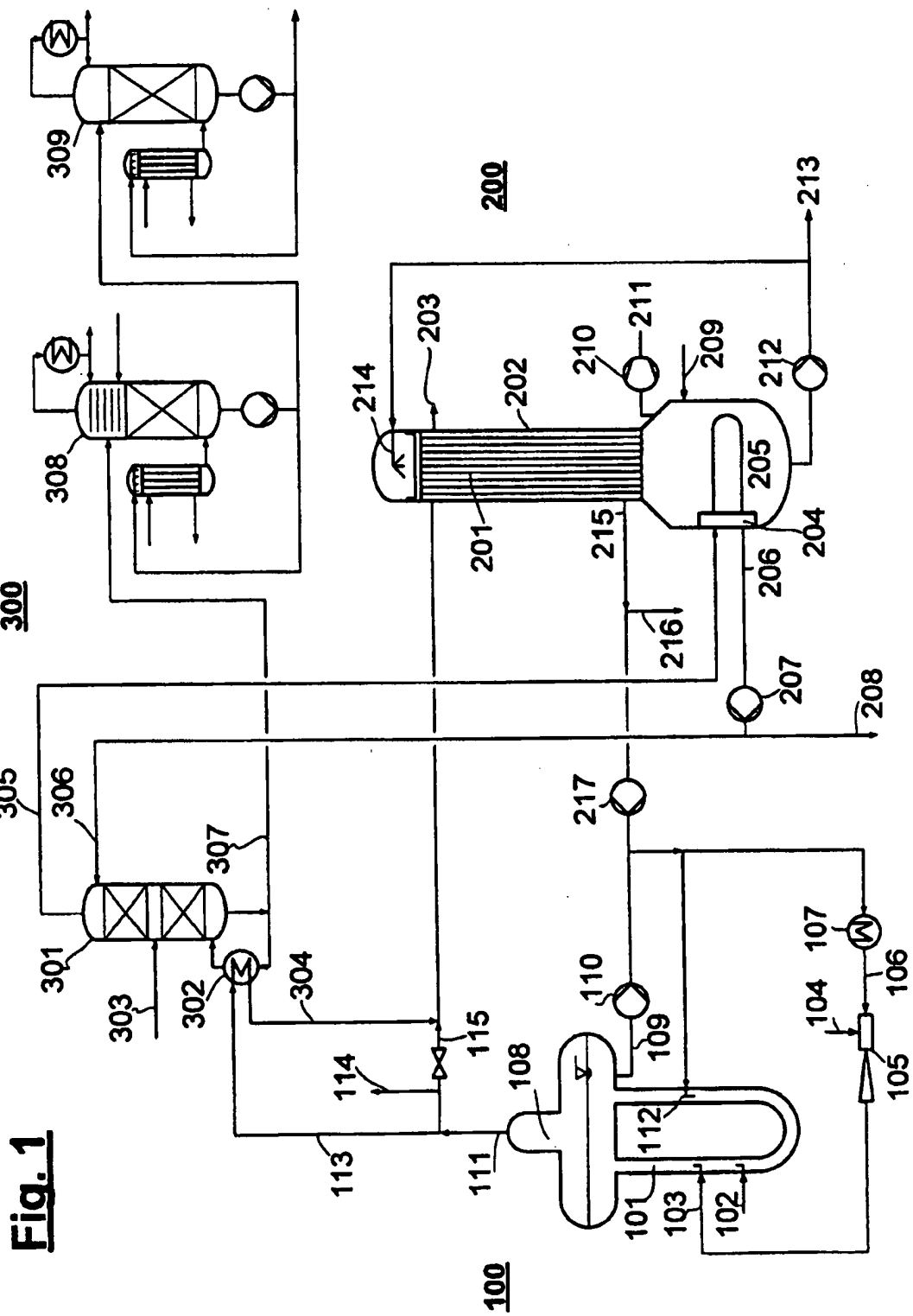
	215	EDC puro
	216	Produto EDC
	217	Bomba de EDC
	300	Unidade de purificação de EDC
5	301	coluna de destilação para fiações leves
	302	refervedor do reservatório de drenagem
	303	EDC bruto
	304	condensado de EDC
	305	vapor leve
10	306	refluxo leve
	307	parte inferior
	308	coluna de destilação para fiações pesadas
	309	coluna de vácuo

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para operação de uma coluna de destilação para a remoção de água e componentes com ponto de ebulição menor do que 1,2-dicloroetano caracterizado pelo fato de que pelo menos parte do calor da condensação dos vapores aquosos da coluna de destilação é usada para concentrar a soda cáustica através de evaporação.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que pelo menos parte do 1,2-dicloroetano formado quando cloro e etileno reagem em uma unidade de cloração direta é usada para aquecer a coluna de destilação para a remoção de água e componentes com um ponto de ebulição menor do que o 1,2-dicloroetano do 1,2-dicloroetano.

3. Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo fato de que pelo menos parte do 1,2-dicloroetano o qual foi usado para aquecer a coluna de destilação para a remoção de água e componentes com um ponto de ebulição menor do que 1,2-dicloroetano é subsequenteiramente usada como um fluido de transferência de calor para concentrar a solução de soda cáustica através de evaporação.



P10016183-9

RESUMO

Patente de Invenção: "PROCESSO PARA OPERAÇÃO DE UMA COLUNA DE DESTILAÇÃO PARA A PURIFICAÇÃO DE 1,2-DICLOROETANO E PARA A CONCENTRAÇÃO ACOPLADA DE SOLUÇÃO DE SODA CÁUSTICA ATRAVÉS DE EVAPORAÇÃO".

A presente invenção refere-se a um processo para operação de uma coluna de destilação para a remoção de água e componentes com um ponto de ebulição menor do que o 1,2-dicloroetano no qual pelo menos parte do calor da condensação dos vapores aquosos da
10 coluna de destilação é usada para concentrar a solução de soda cáustica através de evaporação; além disso, pelo menos parte do 1,2-dicloroetano formado quando cloro e etileno reagem em uma unidade de cloração direta é usada para aquecer a referida coluna de destilação e pode, subsequente-
15 concentrar a solução de soda cáustica através de evaporação.