



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 296 217**

51 Int. Cl.:
C07D 301/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Número de solicitud europea: **05773852 .8**

86 Fecha de presentación : **06.07.2005**

87 Número de publicación de la solicitud: **1778659**

87 Fecha de publicación de la solicitud: **02.05.2007**

54 Título: **Separación de óxido de propileno de una mezcla que comprende óxido de propileno y metanol.**

30 Prioridad: **07.07.2004 US 884967**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
16.04.2008

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
16.04.2008

73 Titular/es: **BASF SE**
67056 Ludwigshafen, DE
THE DOW CHEMICAL COMPANY

72 Inventor/es: **Göbbel, Hans-Georg;**
Schultz, Henning;
Schultz, Peter;
Patrascu, Renate;
Schulz, Malte y
Weidenbach, Meinolf

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 296 217 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Separación de óxido de propileno de una mezcla que comprende óxido de propileno y metanol.

5 Campo de la invención

La presente invención proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) que comprende óxido de propileno y metanol, comprendiendo dicho método

- 10 (i) introducir dicha mezcla (M) en una columna de destilación extractiva;
- (ii) introducir adicionalmente un disolvente de extracción en dicha columna de destilación extractiva;
- 15 (iii) destilar óxido de propileno por la parte alta de dicha columna de destilación extractiva como corriente superior;
- (iv) retirar una corriente de fondo de dicha columna de destilación extractiva;
- 20 (v) comprimir la corriente superior obtenida por la parte alta en (iii) por medio de al menos un compresor para dar un vapor comprimido.

De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, la mezcla (M) se forma mediante una reacción de propeno con peróxido de hidrógeno en metanol como disolvente y en presencia de un catalizador de lecho fijo de zeolita de titanio. Por lo tanto, la presente invención también proporciona un método para preparar óxido de propileno, en el que dicha reacción comprende hacer reaccionar propeno con peróxido de hidrógeno en metanol como disolvente y en presencia de un catalizador de lecho fijo de zeolita de titanio. Esta reacción de epoxidación da como resultado, bien directamente o bien después de al menos una etapa de tratamiento, una mezcla (M) que comprende preferiblemente de 5 a 50 por ciento en peso de óxido de propileno y de 50 a 85 por ciento en peso de metanol, y el método de la presente invención comprende además

- 30 (i) introducir dicha mezcla (M) en una columna de destilación extractiva;
- (ii) introducir adicionalmente un disolvente de extracción en dicha columna de destilación extractiva;
- 35 (iii) destilar óxido de propileno por la parte alta de dicha columna de destilación extractiva como corriente superior;
- (iv) retirar una corriente de fondo de dicha columna de destilación extractiva;
- 40 (v) comprimir la corriente superior obtenida por la parte alta en (iii) por medio de al menos un compresor para dar un vapor comprimido.

Antecedentes de la invención

45 En las numerosas publicaciones sobre la cuestión de la preparación de óxido de propileno, solo existen unas pocas que traten de procedimientos integrados en los que la energía del vapor obtenido en una etapa de destilación se devuelve útilmente al procedimiento. Esto se aplica particularmente a procedimientos en los que se separa óxido de propileno de disolventes o trazas de disolvente mediante destilación.

50 WO-A-02/14298 describe un procedimiento para la preparación continua de un óxido de olefina. En el contexto de esta etapa de procesamiento, se describe que el calor de condensación obtenido en la parte superior de una columna puede recuperarse de uno o todos los procedimientos de destilación del procedimiento global. En la columna en cuestión, una mezcla que comprende disolvente, oxígeno y gas inerte se separa mediante destilación. No se describen procedimientos específicos para recircular el calor de condensación.

55 WO-A-00/07965 describe un procedimiento para preparar óxido de propileno, en el que una mezcla de propeno, óxido de propileno y metanol se separa de una mezcla a través de la parte superior de una columna de destilación, condensándose el reflujo necesario para la separación en la columna en un condensador parcial en la parte superior de la columna.

60 Si, por ejemplo, se usa metanol como disolvente en la preparación de óxido de propileno a partir de propeno, generalmente es ventajoso que este se use en la sección de reacción, es decir para la reacción de propeno con un hidroperóxido tal como peróxido de hidrógeno, particularmente cuando se usa un catalizador de silicalita de titanio del tipo TS-1 como catalizador para la reacción. Por otra parte, la presencia de metanol hace más difícil la purificación del óxido de propileno.

De acuerdo con la técnica anterior, a presión atmosférica o presiones superatmosféricas, esencialmente en el intervalo de 1 a 5 bar, el óxido de propileno y el metanol pueden separarse mediante destilación solo cuando se usa una

columna de destilación que tiene un número muy grande de platos teóricos y se fija una relación de reflujo muy alta al mismo tiempo, debido al azeótropo que se arrastra.

La tarea de separación es más simple a presiones inferiores, pero la presión baja tiene un efecto adverso sobre la temperatura de condensación ya que la temperatura de condensación, que puede, por ejemplo, estar en la región de 15°C dependiendo de la presión, requiere el suministro de un alto poder de refrigeración para la condensación. Especialmente a escala industrial, esto incurre en costes enormes.

Otros documentos de la técnica anterior se refieren a procedimientos en los que se separa óxido de propileno del metanol disolvente mediante procedimientos de destilación extractiva.

US 5.848.938 describe un procedimiento en el que se separa óxido de propileno de metanol en un producto de epoxidación de olefinas en bruto por medio de una destilación extractiva en la que un disolvente polar relativamente pesado que tiene grupos hidroxilo tal como agua o propilenglicol se usa como el disolvente de extracción, prefiriéndose particularmente el propilenglicol. De acuerdo con este documento de la técnica anterior, la columna de destilación usada normalmente tiene de 20 a 60 platos teóricos, y la relación de reflujo/destilado está generalmente en el intervalo de 5 a 15. De acuerdo con los ejemplos, una relación típica es 9. Temperaturas de fondo típicas están en el intervalo de 90 a 120°C, siendo la presión bajo la que se lleva a cabo la destilación de 0,55 a 3,44 bar. De acuerdo con el ejemplo, una presión de fondo preferida de la columna de destilación es 2,66 bar y por lo tanto muy por encima de la presión estándar. Como fracciones de óxido de propileno típicas se obtienen fracciones que comprenden 300 ó 1500 ppm de metanol. Las corrientes de fondo obtenidas de acuerdo con los ejemplos comprenden hasta 6300 ppm de óxido de propileno. La corriente de óxido de propileno purificada obtenida del procedimiento de acuerdo con US 5.849.938 puede purificarse adicionalmente y así someterse a una destilación fraccionada subsiguientemente después de retirar la corriente de óxido de propileno de la columna de destilación extractiva.

US 6.500.311 B1 describe un procedimiento en el que tiene lugar una separación de metanol y óxido de propileno. Como disolvente de extracción, se usa un disolvente no polar, a saber un hidrocarburo C7-C9 tal como n-ocetano.

Un objetivo de la presente invención es proporcionar un método para separar óxido de propileno de metanol que, en comparación con el procedimiento descrito en la técnica anterior, tiene un equilibrio energético mejorado y, adicionalmente, conduce a corrientes superiores y corrientes de fondo que tienen un grado menor de impureza con respecto a metanol y óxido de propileno, respectivamente.

Un objetivo adicional de la presente invención es proporcionar un método para separar óxido de propileno de metanol, en el que se emplea un disolvente de extracción económico que permite simultáneamente condiciones de destilación más suaves que las descritas en la técnica anterior.

Otro objetivo más de la presente invención es proporcionar un método que, en comparación con los procedimientos descritos en la técnica anterior, por ejemplo procedimientos para separar óxido de propileno de metanol o para preparar óxido de propileno, tiene un equilibrio energético significativamente mejorado.

Otro objetivo más de la presente invención es proporcionar un método para producir óxido de propileno en el transcurso del cual se separa óxido de propileno de metanol, en donde esta separación tiene las ventajas mencionadas anteriormente, haciendo así al procedimiento para producir óxido de propileno energéticamente y también con respecto a la pureza de las fracciones de destilación ventajoso sobre la técnica anterior.

Sumario de la invención

La presente invención proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) que comprende óxido de propileno y metanol, comprendiendo dicho método

- (i) introducir dicha mezcla (M) en una columna de destilación extractiva;
- (ii) introducir adicionalmente un disolvente de extracción en dicha columna de destilación extractiva;
- (iii) destilar óxido de propileno por la parte alta de dicha columna de destilación extractiva como corriente superior;
- (iv) retirar una corriente de fondo de dicha columna de destilación extractiva;
- (v) comprimir la corriente superior obtenida por la parte alta en (iii) por medio de al menos un compresor para dar un vapor comprimido.

La presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) que comprende de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno, de 50 a 85 por ciento en peso de metanol y de 10 a 25 por ciento en peso de agua, comprendiendo dicho método

ES 2 296 217 T3

- (i) introducir dicha mezcla (M) en una columna de destilación extractiva;
- (ii) introducir adicionalmente un disolvente de extracción en dicha columna de destilación extractiva;
- 5 (iii) destilar óxido de propileno por la parte alta de dicha columna de destilación extractiva como corriente superior, comprendiendo la corriente superior 100 ppm de metanol o menos;
- (v) comprimir la corriente superior obtenida por la parte alta en (iii) por medio de al menos un compresor para dar un vapor comprimido,
- 10 (vi) condensar el vapor comprimido obtenido en (v) y devolver al menos parte del calor de condensación a al menos un hervidor empleado en la columna de destilación extractiva.

15 La presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) que comprende de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno, de 50 a 85 por ciento en peso de metanol y de 10 a 25 por ciento en peso de agua, comprendiendo dicho método

- (i) introducir dicha mezcla (M) en una columna de destilación extractiva;
- 20 (ii) introducir adicionalmente agua en dicha columna de destilación extractiva en una cantidad de 2 por ciento en peso de la mezcla (M) o menos;
- (iii) destilar óxido de propileno por la parte alta de dicha columna de destilación extractiva como corriente superior a una presión de 300 a 750 mbar y una temperatura de fondo de 40 a 70°C, comprendiendo la corriente superior 100 ppm de metanol o menos;
- 25 (iv) retirar una corriente de fondo de dicha columna de destilación extractiva que comprende 100 ppm de óxido de propileno o menos;
- (v) comprimir la corriente superior obtenida por la parte alta en (iii) hasta una presión de 2 a 4 bar por medio de al menos un compresor para dar un vapor comprimido,
- 30 (vi) condensar el vapor comprimido obtenido en (v) y devolver al menos parte del calor de condensación a al menos un vaporizador empleado en la columna de destilación extractiva.

35 La presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) que comprende de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno, de 50 a 85 por ciento en peso de metanol y de 10 a 25 por ciento en peso de agua, comprendiendo dicho método

- (i) introducir dicha mezcla (M) en una columna de destilación extractiva;
- 40 (ii) introducir adicionalmente agua en dicha columna de destilación extractiva en una cantidad de 0,45 a 1 por ciento en peso de la mezcla (M);
- (iii) destilar óxido de propileno por la parte alta de dicha columna de destilación extractiva a una temperatura de fondo de 50 a 60°C y a una presión de 450 a 500 mbar, comprendiendo la fracción de óxido de propileno 50 ppm de metanol o menos;
- 45 (iv) retirar una corriente de fondo de dicha columna de destilación extractiva, comprendiendo dicha corriente de fondo 100 ppm de óxido de propileno o menos;
- 50 (v) comprimir la corriente superior obtenida en (iii) hasta una presión en el intervalo de 2 a 4 bar por medio de al menos un compresor para dar un vapor comprimido;
- (vi) condensar el vapor comprimido obtenido en (v) y devolver al menos parte del calor de condensación a al menos un vaporizador usado en la columna de destilación extractiva;
- 55 (vii) enfriar al menos parte del condensado obtenido en (vi) hasta una temperatura en el intervalo de 10 a 30°C en al menos un cambiador de calor y devolver esta parte del condensado enfriado como reflujo a la columna de destilación empleada en (iii) de modo que la relación másica de fluido a destilado sea 4 o menos;
- 60

en donde la mezcla (M) se forma haciendo reaccionar propeno con peróxido de hidrógeno en metanol como disolvente y en presencia de un catalizador de lecho fijo de zeolita de titanio.

65 La presente invención también proporciona un método para preparar óxido de propileno, comprendiendo dicha reacción hacer reaccionar propeno con peróxido de hidrógeno en metanol como disolvente y en presencia de un catalizador de lecho fijo de zeolita de titanio, dando como resultado dicha reacción la mezcla (M) que comprende de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno, de 50 a 85 por ciento en peso de metanol y de 10 a 25 por ciento en peso de agua, o una mezcla que se trata para dar la mezcla (M), comprendiendo además dicho método

- (i) introducir dicha mezcla (M) en una columna de destilación extractiva;
- (ii) introducir adicionalmente agua en dicha columna de destilación extractiva en una cantidad de 0,45 a 1 por ciento en peso de la mezcla (M);
- (iii) destilar óxido de propileno por la parte alta de dicha columna de destilación extractiva como corriente superior a una presión de 450 a 500 mbar y una temperatura de fondo de 50 a 60°C, comprendiendo la corriente superior 100 ppm de metanol o menos;
- (iv) retirar una corriente de fondo de dicha columna de destilación extractiva y usar la energía almacenada en la corriente de fondo al menos parcialmente para calentar la mezcla (M) antes de que dicha mezcla se introduzca en la columna de destilación extractiva en (i);
- (v) comprimir la corriente superior obtenida por la parte en (iii) hasta una presión de 2,5 a 3,5 bar por medio de al menos un compresor para dar un vapor comprimido;
- (vi) condensar el vapor comprimido obtenido en (v) y devolver al menos parte del calor de condensación a al menos un vaporizador empleado en la columna de destilación extractiva;
- (vii) enfriar al menos parte del condensado obtenido en (vi) hasta una temperatura en el intervalo de 10 a 30°C en al menos un cambiador de calor y devolver esta parte del condensado enfriado como reflujo a la columna de destilación extractiva usada en (iii) en una cantidad tal que la relación másica de reflujo a destilado sea 4 o menos;
- (viii) despresurizar una corriente de propeno comprimida en el al menos un cambiador de calor en (vii), vaporizar la corriente de propeno en el al menos un cambiador de calor y subsiguientemente usar el propeno como reaccionante en dicha reacción.

Breve descripción de los dibujos

- La Fig. 1 adjunta proporciona un diagrama que muestra una modalidad preferida de la presente invención,
- la Fig. 2 adjunta proporciona un diagrama que muestra otra modalidad preferida de la presente invención,
- la Fig. 3 adjunta proporciona un diagrama que muestra un procedimiento de la técnica anterior,
- la Fig. 4 adjunta proporciona un diagrama que muestra otro procedimiento de la técnica anterior,
- la Fig. 5 adjunta proporciona un diagrama que muestra otro procedimiento más de la técnica anterior.

Descripción detallada de la invención

De acuerdo con la presente invención, se separa óxido de propileno de una mezcla (M) que comprende óxido de propileno y metanol. Mezclas (M) preferidas usadas en la presente invención comprenden hasta 50, más preferiblemente de 1 a 50, más preferiblemente de 2 a 45, más preferiblemente de 3 a 35, más preferiblemente de 4 a 25 y todavía más preferiblemente de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno. Mezclas (M) especialmente preferidas comprenden de 6 a 12 por ciento en peso y de forma particularmente preferible de 8 a 10,5 por ciento en peso de óxido de propileno. Por otra parte, mezclas (M) preferidas usadas en la presente invención comprenden hasta 99, más preferiblemente hasta 95, más preferiblemente hasta 90 y aún más preferiblemente hasta 85 por ciento en peso de metanol, y al menos 10, más preferiblemente al menos 20, más preferiblemente al menos 30, más preferiblemente al menos 40 y de forma especialmente preferible al menos 50 por ciento en peso de metanol. Mezclas (M) especialmente preferidas comprenden por lo tanto de 40 a 90, más preferiblemente de 50 a 85 por ciento en peso de metanol. Mezclas (M) particularmente preferidas comprenden de 55 a 85 por ciento en peso, preferiblemente de 60 a 80 por ciento en peso y de forma particularmente preferible de 65 a 75 por ciento en peso de metanol. Así, mezclas (M) preferidas usadas de acuerdo con la presente invención comprenden de 5 a 50 por ciento en peso de óxido de propileno y de 50 a 85 por ciento en peso de metanol, basado en el peso total de la mezcla (M).

Con respecto al método de la invención, la mezcla (M) puede comprender uno o más compuestos adicionales. En cuanto a estos compuestos, no existen restricciones específicas sobre la condición en la que el óxido de propileno puede destilarse por la parte alta de la columna de destilación extractiva a fin de separar óxido de propileno del metanol comprendido en (M).

De acuerdo con una modalidad preferida, la mezcla (M) comprende adicionalmente agua, más preferiblemente agua en una cantidad de hasta 25, más preferiblemente de 1 a 25, más preferiblemente de 2 a 25, más preferiblemente de 3 a 25, más preferiblemente de 4 a 25, más preferiblemente de 5 a 25, más preferiblemente de 6 a 25, más preferiblemente de 7 a 25, más preferiblemente de 8 a 25, más preferiblemente de 9 a 25 y aún más preferiblemente de 10 a 25 por ciento en peso de agua, basado en el peso total de la mezcla (M). Por lo tanto, la mezcla (M), por ejemplo,

ES 2 296 217 T3

puede comprender de 10 a 25 o de 10 a 20 o de 10 a 15 o de 15 a 25 o de 15 a 20 o de 20 a 25 por ciento en peso de agua, basado en el peso total de la mezcla (M).

De acuerdo con una modalidad preferida en la que (M) comprende de 10 a 25 por ciento en peso de agua, (M) comprende preferiblemente de 5 a 45, más preferiblemente de 5 a 40, más preferiblemente de 5 a 35, más preferiblemente de 5 a 30, más preferiblemente de 5 a 25, más preferiblemente de 5 a 20 y aún más preferiblemente de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno, basado en el peso total de la mezcla (M).

Por lo tanto, la presente invención también proporciona un método como el descrito anteriormente en el que la mezcla (M) comprende de 50 a 85 por ciento en peso de metanol, de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno, de 10 a 25 por ciento en peso de agua, basado en el peso total de la mezcla (M).

Además de metanol y propeno y, preferiblemente, agua, la mezcla (M) puede comprender al menos un compuesto adicional.

De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, la mezcla (M) resulta directamente o indirectamente de un procedimiento en el que se prepara óxido de propileno haciendo reaccionar propeno con un hidropéroxido en presencia de metanol como disolvente. Por lo tanto, la mezcla (M) puede comprender adicionalmente propeno sin reaccionar y/o hidropéroxido sin reaccionar y/o al menos un subproducto de dicha reacción de epoxidación, tal como propilenglicol y/o acetaldehído.

La mezcla de reacción obtenida a partir de dicha reacción de epoxidación puede introducirse directamente en (i) como mezcla (M) si el contenido de (M) relativo al metanol, el óxido de propileno y preferiblemente el agua está dentro de los intervalos mencionados anteriormente.

De acuerdo con una modalidad especialmente preferida de la presente invención, la mezcla de reacción obtenida a partir de dicha reacción de epoxidación se trata antes de la introducción en (i) del método de la invención. El tratamiento de la mezcla de reacción obtenida a partir de dicha reacción de epoxidación puede llevarse a cabo de cualquier modo concebible con la condición de que se obtenga una mezcla (M) que pueda introducirse en (i). Dicho tratamiento puede comprender la separación y/o la adición de al menos un compuesto procedente de y/o a la mezcla obtenida de la reacción de epoxidación. Preferiblemente, al menos un compuesto se separa de la mezcla obtenida a partir de la reacción de epoxidación.

De acuerdo con una modalidad aún más preferida de la presente invención, al menos un compuesto se separa de la mezcla obtenida a partir de la reacción de epoxidación, teniendo dicho al menos un compuesto un punto de ebullición inferior que el óxido de propileno, el metanol y el agua.

Dependiendo de las condiciones de reacción aplicadas y los reaccionantes usados para la reacción de epoxidación, estos compuestos de bajo punto de ebullición pueden ser, por ejemplo, propeno sin reaccionar y/o propano que puede introducirse en la reacción de epoxidación en cuestión, por ejemplo, se usa propeno de calidad química como reaccionante que tiene una relación en volumen de propeno:propano de aproximadamente 99,5:0,5 a 94:6.

De acuerdo con una modalidad preferida adicional más de la presente invención, el propeno sin reaccionar se separa de la mezcla de reacción obtenida a partir de la reacción de epoxidación en al menos una columna de destilación, y la fracción de alto punto de ebullición cuyos contenidos respectivos relativos al metanol, el óxido de propileno y el agua están dentro de los intervalos mencionados anteriormente se introduce como (M) en (i) del método de la presente invención.

Por lo tanto, la presente invención también proporciona un método para preparar óxido de propileno, comprendiendo dicha reacción hacer reaccionar propeno con un hidropéroxido en metanol como disolvente, dando como resultado dicha reacción una mezcla (M) que comprende de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno, de 50 a 85 por ciento en peso de metanol y de 10 a 25 por ciento en peso de agua, o que da como resultado preferiblemente una mezcla que comprende óxido de propileno, metanol, agua, propeno sin reaccionar y opcionalmente propano, tratándose dicha mezcla para dar dicha mezcla (M) que comprende de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno, de 50 a 85 por ciento en peso de metanol y de 10 a 25 por ciento en peso de agua, y sometándose adicionalmente dicha mezcla a al menos las etapas (i) a (v) que se describen anteriormente y posteriormente en la presente memoria. De acuerdo con esta modalidad de la presente invención, el tratamiento comprende preferiblemente separar propeno y, si está presente, preferiblemente también propano mediante destilación a fin de dar una mezcla (M), que comprende preferiblemente no más de 500 ppm, preferiblemente no más de 400 ppm y de forma especialmente preferible no más de 350 ppm de propeno y que comprende no más de 50 ppm, preferiblemente no más de 25 ppm y de forma especialmente preferible no más de 10 ppm de propano, y preferiblemente no más de 200 ppm, más preferiblemente no más de 150 ppm y de forma especialmente preferible no más de 100 ppm de acetaldehído. De acuerdo con esto, se obtiene una mezcla (M) que comprende de forma especialmente preferible no más de 350 ppm de propeno y no más de 10 ppm de propano y no más de 100 ppm de acetaldehído.

De acuerdo con una modalidad adicional de la presente invención, la mezcla (M) introducida en (i) comprende no más de 1 por ciento en peso, más preferiblemente no más de 0,75 por ciento en peso y de forma especialmente

preferible no más de 0,65 por ciento en peso de compuestos de alto punto de ebullición tales como metoxipropanoles y/o hidroperóxido y/o propilenglicoles.

En el contexto de la presente invención, el término “hidroperóxido” se refiere a un compuesto de la fórmula ROOH.

- 5 Detalles referentes a la preparación de hidroperóxidos y referentes a los hidroperóxidos que pueden usarse, entre otras cosas, en el método de la presente invención, pueden encontrarse en DE-A-198 35 907, cuyo contenido respectivo se incorpora en el contexto de la presente invención mediante referencia. Ejemplos de hidroperóxidos que pueden usarse para los propósitos de la presente invención son, entre otros, hidroperóxido de terc-butilo, hidroperóxido de etilbenceno, hidroperóxido de terc-amilo, hidroperóxido de cumeno, hidroperóxido de ciclohexilo, hidroperóxido de metilciclohexilo, hidroperóxido de tetrahidronaftaleno, hidroperóxido de isobutilbenceno, hidroperóxido de etilnaftaleno, perácidos tales como ácido peracético y peróxido de hidrógeno. Mezclas de dos o más hidroperóxidos también pueden usarse de acuerdo con la presente invención. Se da preferencia a usar peróxido de hidrógeno como hidroperóxido en el método de la presente invención, y se da preferencia adicional a usar una solución acuosa de peróxido de hidrógeno. Lo más preferiblemente, la solución acuosa de peróxido de hidrógeno comprende peróxido de hidrógeno en una concentración en el intervalo de 1 a 90, más preferiblemente de 10 a 70 y de forma especialmente preferible de 30 a 50 por ciento en peso, basado en el peso total de la solución. También es posible usar una mezcla de dos o más hidroperóxidos diferentes.

- La reacción de epoxidación a partir de la cual se obtiene directamente o indirectamente la mezcla (M) puede llevarse a cabo en presencia de cualquier catalizador adecuado o una combinación adecuada de dos o más catalizadores. De forma particularmente preferida se emplea una zeolita que contiene titanio, en donde las zeolitas conocidas por el experto en la técnica como “silicalitas de titanio” (TS) se prefieren particularmente. Tales zeolitas que contienen titanio, en particular las que tienen una estructura cristalina del tipo MFI, así como modos para producirlas se describen, por ejemplo, en WO 98/55228, EP-A-0 311 983 o EP-A-0 405 978. El contenido respectivo de estos documentos se incorpora en la presente memoria mediante referencia. Además de Si y Ti, dichos materiales zeolíticos pueden contener elementos adicionales, tales como aluminio, circonio, estaño, hierro, cobalto, níquel, galio, boro o pequeñas cantidades de flúor. Es posible que el titanio de las zeolitas se reemplace parcialmente o completamente por vanadio, circonio o niobio o cualquier mezcla de dos o más de estos componentes. Se sabe que las zeolitas que contienen titanio y que tienen una estructura de MFI dan un diagrama característico en la difracción de rayos X. Por otra parte estos materiales presentan una banda de difracción en el infrarrojo (IR) a aproximadamente 960 cm^{-1} . Por lo tanto, es posible distinguir las zeolitas que contienen titanio de fases de TiO_2 cristalinas o amorfas o de titanatos de metales alcalinos. En una modalidad preferida adicional, el al menos un catalizador zeolítico comprende al menos uno de los elementos titanio, germanio, telurio, vanadio, cromo, niobio, circonio. Particularmente preferidos son catalizadores zeolíticos que tienen una estructura de zeolita pentasílica, en particular los tipos estructurales que pueden asignarse, a través de difracción de rayos X, a los tipos estructurales de ABW-, ACO-, AEI-, AEL-, AEN-, AET-, AFG-, AFI-, AFN-, AFO-, AFR-, AFS-, AFT-, AFX-, AFY-, AHT-, ANA-, APC-, APD-, AST-, ATN-, ATO-, ATS-, ATT-, ATV-, AWO-, AWW-, BEA-, BIK-, BOG-, BPH-, BRE-, CAN-, CAS-, CFI-, CGF-, CGS-, CHA-, CHI-, CLO-, CON-, CZP-, DAC-, DDR-, DFO-, DFT-, DOH-, DON-, EAB-, EDI-, EMT-, EPI-, ERI-, ESV-, EUO-, FAU-, FER-, GIS-, GME-, GOO-, HEU-, IFR-, ISV-, ITE-, JBW-, KFI-, LAU-, LEV-, LIO-, LOS-, LOV-, LTA-, LTL-, LTN-, MAZ-, MEL-, MEI-, MEL-, MEP-, MER-, MFI-, MFS-, MON-, MOR-, MSO-, MTF-, MTN-, MTT-, MTW-, MWW-, NAT-, NES-, NON-, OFF-, OSI-, PAR-, PAU-, PHI-, RHO-, RON-, RSN-, RTE-, RTH-, RUT-, SAO-, SAT-, SBE-, SBS-, SBT-, SFF-, SGT-, SOD-, STF-, STI-, STT-, TER-, THO-, TON-, TSC-, VET-, VFI-, VNI-, VSV-, WIE-, WEN-, YUG-, ZON, así como estructuras mixtas de al menos dos o más de las estructuras mencionadas anteriormente. Por otra parte, es concebible usar catalizadores zeolíticos que contienen titanio con la estructura de ITQ-4, ITQ-9, SSZ-24, TTM-1, UTD-1, CIT-1 o CIT-5. Por otra parte, las zeolitas que contienen titanio son las de los tipos estructurales ZSM-48 o ZSM-12. Zeolitas que contienen titanio de la estructura MFI, MEL o estructuras mixtas de MFI/MEL, así como MWW, BEA o sus estructuras mixtas, se prefieren en el contexto de la presente invención. En el contexto de la presente invención, se prefieren adicionalmente catalizadores zeolíticos que contienen titanio que se denominan, en general “TS-1”, “TS-2” o “TS-3”, así como zeolitas que contienen titanio que presentan una estructura que es isomorfa a la zeolita beta.

- Aunque es posible llevar a cabo la reacción usando un catalizador en suspensión, se da preferencia particular a un catalizador heterogéneo y aún más preferiblemente a un catalizador de lecho fijo. Por lo tanto, de acuerdo con esta modalidad preferida de la presente invención, no es necesario separar el catalizador de la mezcla de reacción obtenida a partir de la reacción de epoxidación.

- Por lo tanto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) que comprende óxido de propileno, metanol y preferiblemente agua, según se describe anteriormente, en donde la mezcla (M) se obtiene directamente o indirectamente, después de al menos una etapa de tratamiento, a partir de un procedimiento de epoxidación en el que se hace reaccionar propeno con un hidroperóxido, preferiblemente peróxido de hidrógeno, en presencia de metanol como disolvente y en presencia de un catalizador de lecho fijo, preferiblemente un catalizador de zeolita de lecho fijo, más preferiblemente un catalizador de zeolita de titanio de lecho fijo, aún más preferiblemente un catalizador de silicalita de titanio de tipo TS-1 de lecho fijo, y en donde dicho catalizador no tiene que separarse de la mezcla de reacción resultante del procedimiento de epoxidación.

- De acuerdo con esto, la presente invención también proporciona un método para preparar óxido de propileno, comprendiendo dicha reacción hacer reaccionar propeno con un hidroperóxido, preferiblemente peróxido de hidrógeno, en metanol como disolvente, dando como resultado dicha reacción una mezcla (M) que comprende de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno, de 50 a 85 por ciento en peso de metanol y de 10 a 25 por ciento en peso de agua,

o dando como resultado preferiblemente una mezcla que comprende óxido de propileno, metanol, agua, propeno sin reaccionar y opcionalmente propano, tratándose dicha mezcla para dar dicha mezcla (M) que comprende de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno, de 50 a 85 por ciento en peso de metanol y de 10 a 25 por ciento en peso de agua, y sometiéndose además dicha mezcla a al menos las etapas (i) a (v) que se describen previamente y posteriormente en la presente memoria, en donde la epoxidación se lleva a cabo en presencia de un catalizador de lecho fijo, preferiblemente un catalizador de zeolita de lecho fijo, o más preferiblemente un catalizador de zeolita de titanio de lecho fijo, aún más preferiblemente un catalizador de silicalita de titanio de tipo TS-1 de lecho fijo, y en donde dicho catalizador no tiene que separarse de la mezcla de reacción resultante del procedimiento de epoxidación.

En (i) de la presente invención, puede usarse cualquier columna de destilación extractiva adecuada. Preferiblemente, la columna tiene hasta 80 platos teóricos, tal como de 10 a 80 ó de 20 a 80 ó de 30 a 80 ó de 40 a 80 ó de 50 a 80 ó de 60 a 80 o preferiblemente de 60 a 65 o de más de 60 a 80, tal como de 61 a 80 ó de 65 a 80 ó de 70 a 80 ó de 75 a 80. Preferiblemente, la columna tiene más de 60 platos teóricos, tal como de 61 a 65 platos teóricos. Dos o más columnas pueden usarse de acuerdo con la presente invención, en donde dos o más columnas pueden conectarse en serie y/o dos o más columnas pueden disponerse en paralelo. Preferiblemente se usa una columna.

De acuerdo con (ii) de la presente invención, se añade al menos un disolvente de extracción. En cuanto a la naturaleza química del al menos un disolvente de extracción, no existen limitaciones específicas sobre la condición con la que la destilación extractiva es posible de acuerdo con (iii). Como disolventes de extracción, son posibles disolventes no polares y/o polares. Como disolventes no polares, se prefieren hidrocarburos tales como hidrocarburos que tienen hasta 16 átomos de carbono, tales como hidrocarburos de 6 a 16 átomos de carbono. Hidrocarburos posibles comprenden, por ejemplo, de 2 a 16, preferiblemente de 13 a 15 átomos de carbono o de 6 a 12 o de 6 a 11 o de 6 a 10 o de 7 a 9 átomos de carbono. Son posibles mezclas de dos o más de los hidrocarburos mencionados anteriormente, tales como mezclas de hidrocarburos que tienen 7, 8 y 9 átomos de carbono o mezclas de hidrocarburos que tienen 13, 14 y 15 átomos de carbono. De acuerdo con una modalidad especialmente preferida de la presente invención, el al menos un disolvente de extracción es un disolvente polar o una mezcla de al menos un disolvente polar y al menos un disolvente no polar. De acuerdo con una modalidad particularmente preferida de la presente invención, el al menos un disolvente de extracción es un disolvente polar.

Por lo tanto, la presente invención también proporciona un método para separar hidróxido de propileno de una mezcla (M), como la descrita anteriormente, en el que en (ii) se añade al menos un disolvente polar. En cuanto a la naturaleza química del al menos un disolvente polar, no existen limitaciones específicas sobre la condición a la que la destilación extractiva puede llevarse a cabo de acuerdo con (iii).

Disolventes polares preferidos son agua, alcoholes que tienen uno o más grupos hidroxilo, tal como uno, dos, tres o más grupos hidroxilo, preferiblemente monooles y dioles, o éteres, preferiblemente compuestos etéricos que tienen al menos un grupo hidroxilo, preferiblemente un grupo hidroxilo, tales como 1-metoxi-2-propanol y/o 2-metoxi-1-propanol. Se prefiere especialmente el agua. Se prefiere especialmente, en donde puede usarse, por ejemplo, agua desmineralizada, agua potable, agua industrial adecuada, agua residual adecuada, especialmente agua residual adecuadamente tratada, agua de procesamiento adecuada o una mezcla de dos o más de las mismas. El agua introducida en el procedimiento de la presente invención debe estar esencialmente libre de material orgánico, especialmente esencialmente libre de metanol. De acuerdo con una modalidad de la presente invención, el agua introducida en (ii) es un agua de procesamiento procedente de un procedimiento adecuado tal como un procedimiento llevado a cabo en la planta de epoxidación en la que se efectúa el método de la presente invención. De acuerdo con un aspecto de la presente invención, el agua de procesamiento se toma de un procedimiento en la planta de epoxidación donde metanol como disolvente de la reacción de epoxidación y agua se separan entre sí. Preferiblemente, el agua se toma del fondo de al menos una columna de destilación en la que se separan metanol como disolvente de la reacción de epoxidación y agua. Más preferiblemente, el agua resultante de dicho procedimiento de separación, opcionalmente después de una o más etapas de purificación adicionales, se introduce en (ii), y el metanol resultante de dicho procedimiento de separación, opcionalmente después de una o más etapas de purificación adicionales, se recircula como disolvente a la reacción de epoxidación. Así, la presente invención también describe un método como el descrito anteriormente en el que se pone en marcha un procedimiento integrado tratando una mezcla que comprende metanol y agua separando metanol y agua entre sí, y recirculando el agua separada, opcionalmente después de una o más etapas de purificación adicionales, preferiblemente sin ninguna etapa de purificación adicional, en (ii), y opcionalmente recirculando el metanol separado, opcionalmente después de una o más etapas de purificación adicionales, como disolvente a la reacción de epoxidación a partir de la cual resulta la mezcla (M) introducida en (i).

Por lo tanto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) como la descrita anteriormente, en el que se introduce agua como disolvente polar en dicha columna de destilación extractiva en (ii).

De acuerdo con una modalidad aún más preferida, no se introduce otro disolvente aparte de agua como disolvente polar en (ii). De acuerdo con otra modalidad preferida, según se menciona anteriormente, no se usa propilenglicol como disolvente polar.

La modalidad preferida de acuerdo con la cual se usa agua y no propilenglicol como disolvente polar muestra, entre otras cosas, las ventajas de que el agua está económicamente disponible en comparación con el propilenglicol y puede descartarse sin tener impactos ecológicos perjudiciales. Por lo tanto, en el caso de que se use propilenglicol

como disolvente polar es necesario tratar y recircular el propilenglicol para hacer el procedimiento ecológicamente y económicamente eficaz. Sin embargo, el tratamiento incluye necesariamente al menos una etapa de procesamiento adicional que es superflua en el caso de que se use agua como disolvente polar.

- 5 De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, el al menos un disolvente polar se introduce en la columna de destilación extractiva aproximadamente 15 platos teóricos, más preferiblemente aproximadamente 10 platos teóricos, por debajo del extremo superior de la columna de destilación extractiva.

- 10 El al menos un disolvente, preferiblemente agua, puede introducirse en la columna como líquido o como vapor o como líquido y también como vapor. Si se usan dos o más disolventes, al menos un disolvente puede introducirse como líquido y al menos otro disolvente puede introducirse como vapor.

- 15 De acuerdo con una modalidad preferida, se usa agua como disolvente polar y se introduce en la columna de destilación extractiva como líquido y/o como vapor. Si se introduce agua como vapor, el vapor introducido en (ii) tiene una presión de no más de 2 bar, más preferiblemente de no más de 1 bar, más preferiblemente no más de 900 mbar y de forma especialmente preferible no más de 800 mbar.

- 20 En cuanto a la cantidad de disolvente, preferiblemente disolvente polar introducido en la columna de destilación extractiva de acuerdo con la que trata (ii), no existen limitaciones específicas. Preferiblemente, el disolvente, más preferiblemente el disolvente polar, y en particular el agua, se introduce en una cantidad de no más de 2 por ciento en peso, basado en el peso de la mezcla (M). Más preferiblemente, el disolvente, aún más preferiblemente el disolvente polar, se introduce en una cantidad de no más de 1,8, más preferiblemente no más de 1,6, más preferiblemente no más de 1,4, más preferiblemente no más de 1,2 y aún más preferiblemente no más de 1 por ciento en peso, basado en el peso de la mezcla (M). Se prefieren más cantidades de disolvente polar de al menos 0,2, más preferiblemente al menos 0,25, más preferiblemente al menos 0,3 y aún más preferiblemente al menos 0,4 por ciento en peso, basado en el peso de la mezcla (M). Por lo tanto, intervalos preferidos son, por ejemplo, de 0,2 a 2, más preferiblemente de 0,3 a 1,6, más preferiblemente de 0,4 a 1,2 y aún más preferiblemente de 0,45 a 1 por ciento en peso, basado en el peso de la mezcla (M).

- 30 Por lo tanto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M), según se describe anteriormente, en el que en (ii), al menos un disolvente polar, en particular agua, preferiblemente como vapor a una presión de no más de 2 bar, se introduce en una cantidad de 0,45 a 1 por ciento en peso, basado en el peso de la mezcla (M).

- 35 Relaciones másicas preferidas de óxido de propileno comprendido en (M):disolvente de extracción añadido en (ii) son de 0,6:1 a 70:1, más preferiblemente de 1:1 a 20:1 y de forma especialmente preferible de 3:1 a 8:1, tal como, por ejemplo, de 4:1 a 7:1 o de 5:1 a 7:1 o de 6:1 a 7:1.

- 40 La destilación en (iii) se lleva a cabo preferiblemente a presiones de 1,5 bar o menos, más preferiblemente de 1,4 bar o menos, más preferiblemente de 1,2 bar o menos, más preferiblemente de 1,1 bar o menos y de forma especialmente preferible a una presión de 1,013 bar o menos, y aún más preferiblemente bajo presión reducida. Para los propósitos de la presente invención, el término “destilación bajo presión reducida” se refiere a cualquier destilación que se lleve a cabo a una presión de menos de 1,013 bar. La destilación en (iii) se lleva a cabo por lo tanto preferiblemente a presiones en un intervalo de hasta 1 bar, más preferiblemente en un intervalo de 300 a 950 mbar, más preferiblemente de 300 a 900 mbar, más preferiblemente de 300 a 850 mbar, más preferiblemente de 300 a 800 mbar y de forma particularmente preferible en un intervalo de 300 a 750 mbar. Otros intervalos preferidos de la presión a la que se lleva a cabo la destilación son de 300 a 700, más preferiblemente de 300 a 650, más preferiblemente de 300 a 600, más preferiblemente de 300 a 550 y aún más preferiblemente de 300 a 500 mbar o de 350 a 750, más preferiblemente de 400 a 750, más preferiblemente de 450 a 750, más preferiblemente de 450 a 700, más preferiblemente de 450 a 650, más preferiblemente de 450 a 600, más preferiblemente de 450 a 550 y de forma especialmente preferible de 450 a 500 mbar.

- 55 Por lo tanto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) como la descrita anteriormente, en el que, en (iii), la destilación se lleva a cabo a una presión de 300 a 750, más preferiblemente de 300 a 500 y de forma especialmente preferible de 450 a 500 mbar.

El término “presión a la que se lleva a cabo la destilación”, según se usa en el contexto de la presente invención, se refiere a la presión en la parte superior de la columna en la que se lleva a cabo la destilación.

- 60 La temperatura de fondo de la columna de destilación extractiva depende generalmente de la presión a la que se lleva a cabo la destilación. Preferiblemente, la temperatura de fondo de acuerdo con la presente invención está por debajo de 90°C, más preferiblemente no más de 85°C, más preferiblemente no más de 80°C, más preferiblemente no más de 75°C, más preferiblemente no más de 70°C, más preferiblemente no más de 65°C y de forma especialmente preferible no más de 60°C. Temperaturas de fondo especialmente preferidas de la destilación extractiva son, por ejemplo, de 40 a 70°C o de 40 a 65°C o de 40 a 60°C o de 45 a 70°C o de 45 a 65°C o de 45 a 60°C o de 50 a 70°C o de 50 a 65°C o de 50 a 60°C.

Por lo tanto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) como la descrita anteriormente, en el que, en (iii), la destilación se lleva a cabo a temperaturas de fondo en el intervalo de 30 a 80, más preferiblemente de 40 a 70, más preferiblemente de 45 a 70, más preferiblemente de 45 a 65 y de forma especialmente preferible de 50 a 60°C.

Combinaciones especialmente preferidas de intervalos de presión e intervalos de temperatura de fondo son, por ejemplo, de 300 a 750 mbar y de 40 a 70°C o de 300 a 500 mbar y de 40 a 60°C o de 450 a 500 mbar y de 50 a 60°C.

Por lo tanto, la presente invención proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) mediante destilación extractiva, preferiblemente usando agua como disolvente de extracción en una cantidad de no más de 2% en peso basado en el peso de (M), en el que la destilación extractiva se lleva a cabo a bajas presiones de 750 mbar y menos, preferiblemente de 300 a 750 mbar, más preferiblemente de 300 a 500 mbar y de forma especialmente preferible de 450 a 500 mbar, y simultáneamente a bajas temperaturas de 70°C y menos, preferiblemente de 40 a 70°C, más preferiblemente de 40 a 60°C y aún más preferiblemente de 50 a 60°C, tal como a aproximadamente 51, 52, 53, 54, 55, 56, 57, 58 ó 59°C.

Como columna de destilación extractiva, es esencialmente posible usar cualquier columna. Se da preferencia particular a una columna de destilación configurada como una columna de relleno, más preferiblemente una columna de relleno que contiene un relleno ordenado. Tal columna de relleno tiene una alta eficacia de separación por metro de relleno y presenta solo una caída de presión muy pequeña. Aunque el relleno ordenado mencionado puede ser esencialmente de cualquier tipo, se da preferencia a un relleno que tiene una superficie específica en el intervalo de 100 a 750 m²/m³. Es posible usar relleno metálico en láminas, por ejemplo de Montz (tipo B1 100 a B1 500) o de Sulzer ChemTech (Mellapak 125 a Mellapak 750), o relleno en malla de Montz (tipo A3 500 a A3 750) o de Sulzer ChemTech (tipo BX o CY). La unidad m²/m³ se refiere a la superficie específica geométrica del material que forma el relleno por metro cúbico de relleno.

De acuerdo con la presente invención, la fracción de óxido de propileno separada de metanol y agua se destila preferiblemente por la parte alta.

La fracción de óxido de propileno destilada por la parte alta en (iii) comprende preferiblemente al menos 99,0, más preferiblemente al menos 99,5, más preferiblemente al menos 99,6 y aún más preferiblemente al menos 99,7 por ciento en peso de óxido de propileno, basado en el peso total de la fracción de óxido de propileno.

La fracción de óxido de propileno destilada por la parte alta en (iii) comprende preferiblemente no más de 500 ppm, más preferiblemente no más de 200 ppm, más preferiblemente no más de 100 ppm, más preferiblemente no más de 50 ppm, más preferiblemente no más de 20 ppm y aún más preferiblemente no más de 10 ppm de metanol, basado en el peso total de la fracción de óxido de propileno.

La fracción de óxido de propileno destilada por la parte alta en (iii) comprende preferiblemente no más de 200 ppm, más preferiblemente no más de 100 ppm, más preferiblemente no más de 750 ppm, más preferiblemente no más de 60 ppm y aún más preferiblemente no más de 20 ppm de agua, basado en el peso total de la fracción de óxido de propileno.

La fracción de óxido de propileno destilada por la parte en alta en (iii) comprende preferiblemente no más de 0,5, más preferiblemente no más 0,3 y aún más preferiblemente no más de 0,25 por ciento en peso de propeno y propano, basado en el peso total de la fracción de óxido de propileno.

A las condiciones de destilación extractiva de acuerdo con la presente invención, la fracción de alto punto de ebullición retirada en (iv) como corriente de fondo comprende, además de agua y metanol, no más de 100 ppm, preferiblemente no más de 75 y de forma especialmente preferible no más de 50 ppm de óxido de propileno, basado en el peso de la fracción de alto punto de ebullición.

A las condiciones de destilación extractiva de acuerdo con la presente invención en las que no se usa propilenglicol sino preferiblemente agua como disolvente polar de extracción en (ii), la fracción de alto punto de ebullición retirada en (iv) como corriente de fondo comprende, además de agua y metanol, no más de 1, preferiblemente no más de 0,5 y de forma especialmente preferible no más de 0,2 por ciento en peso de propilenglicol, basado en el peso de la fracción de alto punto de ebullición.

En la etapa (v) del método de la presente invención, la corriente superior de vapor obtenida en la parte superior de la columna de destilación extractiva y que consiste esencialmente en óxido de propileno está comprimida. Esta compresión puede llevarse a cabo generalmente usando cualesquiera métodos adecuados. En particular, el vapor puede comprimirse mecánicamente o térmicamente y la compresión puede llevarse a cabo en uno o más aparatos. Es posible comprimir el vapor mecánicamente en al menos un aparato de compresión o comprimir el vapor térmicamente en al menos un aparato de compresión o comprimir primeramente el vapor mecánicamente en al menos un aparato de compresión y a continuación comprimir el vapor térmicamente en al menos un aparato de compresión o comprimir en primer lugar el vapor térmicamente en al menos un aparato de compresión y a continuación comprimir el vapor mecánicamente en al menos un aparato de compresión.

Aparatos adecuados para la compresión mecánica son, por ejemplo, compresores de pistón giratorio, compresores de tornillo, turbocompresores que tienen una construcción axial o radial, compresores de tipo diafragma o sopladores. Para los propósitos de la presente invención, la compresión puede llevarse a cabo usando uno de estos aparatos o una combinación de dos o más de estos aparatos, pudiendo tener cada uno de los compresores usados una o más fases.

Un ejemplo de un aparato para la compresión térmica es un expulsor de vapor de agua que puede estar equipado con una tobera conductora fija o regulable.

Para los propósitos de la presente invención, el vapor se comprime de forma particularmente preferible mecánicamente y de forma particularmente preferible en un solo aparato y aún más preferiblemente mecánicamente en un solo aparato. Se da preferencia a un turbocompresor. De acuerdo con modalidades preferidas de la presente invención, la compresión se lleva a cabo en el aparato simple, más preferiblemente el turbocompresor, en una o más fases, tal como en una sola fase o en dos fases o en tres fases.

De acuerdo con esto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) como la descrita anteriormente, en el que la compresión del vapor se lleva a cabo usando un turbocompresor.

De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, donde la destilación en (iii) se lleva a cabo a una presión de 1,5 bar o menos, el vapor se comprime en (iv) por medio del compresor mecánico preferido de modo que el vapor tiene una presión generalmente de más de 1,5 bar, más preferiblemente de más de 1,5 a 5 bar, más preferiblemente de 2 a 4 bar y de forma particularmente preferible de 2,5 a 3,5 bar, después de abandonar el compresor.

Por lo tanto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) como la descrita anteriormente, en el que, en (iii), la destilación se lleva a cabo a una presión de 1,5 bar o menos y, en (iv), la corriente superior se comprime hasta una presión de más de 1,5 bar.

En general, el vapor es llevado por compresión hasta una temperatura que es al menos un grado superior que la temperatura del medio que se vaporiza en el fondo de la columna de destilación. El vapor se lleva preferiblemente mediante compresión hasta una temperatura que es de 2 a 40°C, más preferiblemente de 5 a 30°C y de forma particularmente preferible de 10 a 25°C, superior que la temperatura del medio que se vaporiza en la columna de destilación. Temperaturas típicas del vapor comprimido están en el intervalo de 58 a 100°C, más preferiblemente de 65 a 95°C y de forma especialmente preferible de 70 a 90°C.

De acuerdo con esto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) como la descrita anteriormente, en el que el vapor obtenido como corriente superior de la columna de destilación extractiva se comprime hasta una presión en el intervalo de 2 a 4 bar en (v) y el vapor comprimido tiene una temperatura que está de 10 a 25°C por encima de la temperatura del medio que se vaporiza en la columna de destilación extractiva en (iii).

Como resultado de la etapa de compresión de acuerdo con la presente invención, el método de la presente invención hace posible el intervalo de presión favorable descrito anteriormente por debajo de 1,013 bar, preferiblemente el intervalo de 300 a 750 mbar, para la destilación extractiva sin tener que aceptar la desventaja de una baja temperatura de condensación y el alto poder de refrigeración que a continuación tiene que ponerse a disposición.

Por lo tanto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) como la descrita anteriormente, en el que, en (iii), la destilación se lleva a cabo a una presión de 300 a 750 mbar y una temperatura de fondo de 40 a 70°C, y, en (iv), la corriente superior se comprime hasta una presión de 2 a 4 bar.

Dependiendo de la composición específica de la mezcla (M) y la pureza requerida de la fracción de óxido de propileno con respecto a la concentración residual de disolvente, preferiblemente metanol, la potencia del compresor está típicamente en el intervalo de 3,5 a 8 MW. El poder de condensación/refrigeración correspondiente que tendría que emplearse a una temperatura del vapor comprimido en el intervalo de 12 a 20°C en un procedimiento de la técnica anterior en el que la corriente superior no se comprime habría estado en un intervalo típico de 15 a 30 MW.

La energía adicionalmente almacenada en el vapor como resultado de la compresión, por ejemplo, puede alimentarse preferiblemente a cualquier procedimiento, prefiriéndose especialmente la recirculación al método de la presente invención. En general, la totalidad o parte de la energía almacenada puede introducirse en cualquier etapa del método. Se da preferencia particular a la recirculación de al menos parte de la energía almacenada en el vapor comprimido hacia la etapa de destilación (iii). Se da preferencia particular en este caso a que al menos un vaporizador de la columna de destilación, por ejemplo, al menos un vaporizador intermedio o el vaporizador principal o al menos un vaporizador intermedio y el vaporizador principal, se haga funcionar por medio de la energía almacenada en el vapor comprimido. De este modo, se consigue una bomba de calor en el método de la presente invención como resultado de esta operación integrada del método que hace al procedimiento global altamente ventajoso energéticamente.

Dependiendo de la cantidad de energía que se retirará de la corriente de vapor comprimida que se usará adicionalmente, por ejemplo para proporcionar la bomba de calor descrita anteriormente en la presente memoria, podría ser necesario dividir la corriente de vapor comprimida y usar solo una parte de dicha corriente para conseguir la bomba

de calor. De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, la otra parte de la corriente se enfría en al menos un cambiador de calor adicional. De acuerdo con una modalidad preferida adicional más, la corriente enfriada que abandona este cambiador de calor se combina con la corriente que abandona el cambiador de calor que se usa para la bomba de calor preferiblemente conseguida, según se describe anteriormente en la presente memoria, y las corrientes combinadas pueden usarse adicionalmente como se describe posteriormente aquí, según se analiza, por ejemplo, con respecto a la etapa (vii) de la presente invención.

En una modalidad muy particularmente preferida, el vapor gaseoso comprimido se licúa en al menos un condensador y el calor de condensación se usa al menos parcialmente para hacer funcionar al menos uno de los vaporizadores mencionados anteriormente. Se da preferencia particular al funcionamiento del vaporizador principal de la columna de destilación usada en (iii).

De acuerdo con esto, la presente invención también proporciona un método como el descrito anteriormente que comprende adicionalmente

- (vi) condensar el vapor comprimido obtenido en (v) y devolver al menos parte del calor de condensación a al menos un hervidor empleado en la columna de destilación extractiva.

La condensación en (vi) se lleva a cabo en un vaporizador que puede tener esencialmente cualquier configuración. Ejemplos de modalidades de vaporizadores son vaporizadores de convección natural, vaporizadores de circulación forzada o vaporizadores de película descendente. Para los propósitos de la presente invención, se da preferencia a usar un vaporizador que está configurado como un vaporizador de convección natural.

El condensado que abandona el condensador o los condensadores de (vi) tiene, en el método de la presente invención, una temperatura preferiblemente de 40 a 75°C, más preferiblemente de 45 a 70°C y de forma particularmente preferible de 45 a 65°C. En una modalidad preferida del método de la presente invención, al menos parte del condensado obtenido en (vi) se enfría adicionalmente en al menos un cambiador de calor adicional a fin de obtener energía que puede hacerse pasar a cualquier otro procedimiento o preferiblemente recircularse dentro del método de la presente invención.

Esta parte del condensado se enfría preferiblemente en el cambiador o los cambiadores de calor adicionales hasta una temperatura preferiblemente en el intervalo de 10 a 30°C, de forma particularmente preferible en el intervalo de 12 a 20°C. Esta etapa de enfriamiento, preferiblemente la etapa de enfriamiento llevada a cabo en al menos un cambiador de calor, puede efectuarse en al menos una fase, tal como en una fase, dos fases, tres fases o más de tres fases. La etapa de enfriamiento se lleva a cabo preferiblemente en dos fases, donde, en la primera fase, el enfriamiento se alcanza mediante agua de enfriamiento adecuada y el enfriamiento en la segunda fase se alcanza con agua moderadamente enfriada de forma adecuada.

En una modalidad muy particularmente preferida, el condensado enfriado que abandona este cambiador o cambiadores de calor se recircula como reflujo a la columna de destilación extractiva usada en (iii). De acuerdo con una modalidad especialmente preferida de la presente invención, el condensado enfriado se somete a reflujo parcialmente en la columna de destilación extractiva. De acuerdo con una modalidad aún más preferida, la relación másica de reflujo:destilado es menor de 5, más preferiblemente menor de o igual a 4,9, más preferiblemente menor de o igual a 4,8, más preferiblemente menor de o igual a 4,7 y de forma especialmente preferida menor de o igual a 4, tal como aproximadamente 3,5 o aproximadamente 3,6 o aproximadamente 3,7 o aproximadamente 3,8 o aproximadamente 3,9 ó 4.

Por lo tanto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) como la descrita anteriormente, en el que el destilado obtenido en la parte alta a partir de (iii) se somete a reflujo parcialmente hacia dicha columna de destilación extractiva y en el que la relación de reflujo a destilado es menor de o igual a 4,9.

Así, el procedimiento de destilación extractiva de la presente invención combina las ventajas de presiones de destilación bajas, temperaturas de destilación bajas y, simultáneamente, una relación másica baja de reflujo:destilado.

De acuerdo con esto, la presente invención también proporciona un método como el descrito anteriormente, que comprende adicionalmente

- (vii) enfriar al menos parte del condensado obtenido en (vi) hasta una temperatura en el intervalo de 10 a 30°C en al menos un cambiador de calor y devolver esta parte del condensado enfriado como reflujo a la columna de destilación usada en (iii).

En el método de la presente invención, el poder de refrigeración empleado en el cambiador de calor de (vii) para enfriar el condensado se proporciona preferiblemente mediante al menos una parte del método de la presente invención. Por ejemplo, es concebible que el poder de refrigeración requerido en el cambiador de calor de (vii) se tome de un refrigerante que, en otro punto del método, recoge la cantidad de frío retirada de este modo. Sin embargo, también es concebible que el poder de refrigeración recogido en el cambiador de calor se transfiera directamente de un material o una mezcla que generalmente puede estar en cualquier estado posible de la materia. Por ejemplo, se da

preferencia, en el método de la presente invención, a despresurizar una corriente comprimida en un compartimento del cambiador de calor y, al menos parcialmente, preferiblemente de forma completa, vaporizarla y transferir el poder de refrigeración resultante al condensado presente en otro compartimento del cambiador de calor. Se da preferencia a su vez a una modalidad en la que esta corriente comprimida es una corriente de propeno comprimida. En particular, esta corriente de propeno es una corriente de propeno comprimida que, en primer lugar, según se describe anteriormente, se despresuriza en el cambiador de calor y se vaporiza en el cambiador de calor y se usa subsiguientemente como reaccionante en la reacción de epoxidación preferida a partir de la cual resulta directamente o indirectamente la mezcla (M).

La corriente de propeno comprimida, particularmente, se vaporiza preferiblemente de forma completa en el vaporizador o los vaporizadores usados en (vii).

De acuerdo con esto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) como la descrita anteriormente, en el que el propeno comprimido en el vaporizador o los vaporizadores usados en (vii) se vaporiza completamente con despresurización.

Por ejemplo, la corriente de propeno se ha comprimido preferiblemente hasta una presión en el intervalo de 20 a 35 bar a una temperatura en el intervalo de 5 a 30°C, preferiblemente de 10 a 30°C, más preferiblemente de 15 a 30°C y de forma particularmente preferible de 20 a 30°C, y, de acuerdo con la presente invención, se despresuriza en la etapa (vii) hasta una presión en el intervalo de 4 a 10 bar, preferiblemente de 5 a 9 bar y más preferiblemente de 5 a 8 bar, y se vaporiza completamente mediante la introducción de calor. Por ejemplo, preferiblemente la mitad del frío de expansión del propeno se introduce por medio de esta etapa.

De acuerdo con esto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) como la descrita anteriormente, comprendiendo adicionalmente dicho método

(viii) despresurizar una corriente de propeno comprimida en el al menos un cambiador de calor en (vii), vaporizar la corriente de propeno en el al menos un cambiador de calor y de forma preferible subsiguientemente usar el propeno como reaccionante en una reacción que comprende hacer reaccionar propeno con peróxido de hidrógeno en metanol como disolvente y en presencia de un catalizador de lecho fijo de zeolita de titanio.

La despresurización de la corriente comprimida en (vii) tiene lugar preferiblemente en un cambiador de calor que puede tener esencialmente cualquier configuración. Ejemplos de configuraciones del cambiador de calor son cambiadores de calor de envuelta y tubo, cambiadores de calor de serpentín o cambiadores de calor de placas. Para los propósitos de la presente invención, se da preferencia a usar un cambiador de calor que está configurado como un cambiador de calor de envuelta y tubo.

La corriente de fondo obtenida a partir de (iii), de acuerdo con una modalidad adicional del método de la presente invención, puede asimismo usarse para mejorar aún más la integración energética del método de la presente invención.

Para este propósito, la cantidad de calor contenida en la corriente de fondo obtenida de (iii) se usa al menos parcialmente para calentar la mezcla (M) antes de que se introduzca en la columna de destilación extractiva en (i). Se da preferencia particular a usar un cambiador de calor configurado como un cambiador de calor de contracorriente (cambiador de calor de placas).

De acuerdo con esto, la presente invención también proporciona un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) como la descrita anteriormente, en el que la energía almacenada en la corriente de fondo obtenida a partir de (iii) se usa al menos parcialmente para calentar o precalentar la mezcla (M) antes de que dicha mezcla se introduzca en la columna de destilación extractiva en (i).

La corriente de fondo retirada de la columna de destilación extractiva en (iii) puede usarse como tal o después de al menos una etapa de tratamiento en al menos otro procedimiento o puede recircularse en el método de la presente invención. De acuerdo con una modalidad preferida de la presente invención, la corriente de fondo se trata en una, dos o más etapas para dar una mezcla que comprende al menos 97 por ciento en peso de metanol, no más de 2 por ciento de agua y no más de 50 ppm de acetaldehído, basado en el peso total de dicha mezcla, y el metanol así purificado se recircula en el método de la presente invención, preferiblemente como disolvente para la reacción de epoxidación a partir de la cual resulta la mezcla (M).

Dependiendo del disolvente polar añadido en (iii) como disolvente de extracción, este disolvente puede separarse adecuadamente de la corriente de fondo y recircularse en el método de la presente invención, preferiblemente como disolvente polar en (ii). Una ventaja adicional del método preferido de la presente invención de acuerdo con el cual se usa agua como disolvente polar es que no es necesario tratar la corriente de fondo obtenida en (iii) a fin de obtener el disolvente polar purificado que ha de recircularse en (ii) ya que el agua puede obtenerse económicamente, al contrario que, por ejemplo, el propilenglicol descrito en US 5.849.938 como disolvente de extracción preferido.

Por otra parte, la presente invención también proporciona un método para preparar óxido de propileno, comprendiendo dicha reacción hacer reaccionar propeno con un hidroperóxido, preferiblemente peróxido de hidrógeno, en metanol como disolvente y en presencia de un catalizador heterogéneo, preferiblemente un catalizador de zeolita, más

preferiblemente un catalizador de zeolita de titanio y de forma especialmente preferible un catalizador de lecho fijo de zeolita de titanio, dando como resultado dicha reacción una mezcla (M) que comprende de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno, de 50 a 85 por ciento en peso de metanol y de 10 a 25 por ciento en peso de agua, o una mezcla que se trata para dar dicha mezcla (M), comprendiendo además dicho método

- (i) introducir dicha mezcla (M) en una columna de destilación extractiva;
- (ii) introducir adicionalmente agua en dicha columna de destilación extractiva en una cantidad de hasta 2 por ciento en peso, preferiblemente de 0,45 a 1 por ciento en peso de la mezcla (M);
- (iii) destilar óxido de propileno por la parte alta de dicha columna de destilación extractiva como corriente superior a una presión de 300 a 750 mbar, preferiblemente de 300 a 500 mbar y de forma especialmente preferible de 450 a 500 mbar, y a una temperatura de fondo de 40 a 70°C, preferiblemente de 40 a 60°C y más preferiblemente de 50 a 60°C, comprendiendo preferiblemente dicha corriente superior 100 ppm de metanol o menos;
- (iv) retirar opcionalmente una corriente de fondo de dicha columna de destilación extractiva y usar preferiblemente la energía almacenada en la corriente de fondo al menos parcialmente para calentar la mezcla (M) antes de que dicha mezcla se introduzca en la columna de destilación extractiva en (i);
- (v) comprimir la corriente superior obtenida en la parte alta en (iii) hasta una presión de más de 1,5 bar, preferiblemente de más de 1,5 bar a 5 bar, más preferiblemente de 2 a 4 bar y de forma especialmente preferible de 2,5 a 3,5 bar por medio de al menos un compresor para dar un vapor comprimido;
- (vi) condensar el vapor comprimido obtenido en (v) y devolver al menos parte del calor de condensación a al menos un vaporizador empleado en la columna de destilación extractiva usada para la destilación en (iii);
- (vii) enfriar al menos parte del condensado obtenido en (vi) hasta una temperatura en el intervalo de, preferiblemente, 10 a 30°C en al menos un cambiador de calor y devolver esta parte del condensado enfriado como reflujo a la columna de destilación usada en (iii) en una cantidad tal que la relación másica de reflujo a destilado, obtenida en la parte alta en (iii), sea 4 o menos;
- (viii) despresurizar una corriente de propeno comprimida en el al menos un cambiador de calor en (vii), vaporizar la corriente de propeno en el al menos un cambiador de calor y subsiguientemente usar el propeno como reaccionante en dicha reacción de evaporación que comprende hacer reaccionar propeno con un hidroperóxido, preferiblemente peróxido de hidrógeno, en metanol como disolvente, y en presencia de un catalizador heterogéneo, preferiblemente un catalizador de zeolita, más preferiblemente un catalizador de zeolita de titanio y de forma especialmente preferible un catalizador de lecho fijo de zeolita de titanio.

Los siguientes ejemplos y figuras se usan para ilustrar la presente invención y no pretenden ser limitativos.

Descripción detallada de las figuras

La Fig. 1 muestra una modalidad preferida de acuerdo con la invención. Una mezcla (M) y un disolvente (1) de extracción se introducen en una columna (K100) de destilación extractivas (etapas (i) y (ii)). Se destila óxido de propileno por la parte alta desde (K100) como corriente superior (etapa (iii)) que se comprime en el compresor (C100) (etapa (v)) y la corriente de vapor comprimida se condensa en un cambiador (W100) de calor donde al menos parte del calor de condensación se transfiere a un hervidor empleado en la columna (K100) de destilación extractiva (etapa (vi)). El cambiador (W110) de calor que se muestra en la Fig. 1 solo se usa para iniciar el procedimiento de destilación, es decir, durante un procedimiento de destilación continuo preferido de acuerdo con la invención, el cambiador (W110) de calor no se usa. La corriente enfriada y condensada que abandona el cambiador (W100) de calor se divide a continuación y una parte de la corriente se hace pasar a un primer cambiador (W130) de calor. La corriente enfriada que abandona el cambiador (W130) de calor se hace pasar a continuación a un segundo cambiador (W140) de calor en el que la corriente se enfría adicionalmente y finalmente se recircula como reflujo en la parte superior de la columna (K100). Hacer pasar la corriente a través de los cambiadores (W130) y (W140) de calor representa la etapa (vii) de acuerdo con la invención, donde, como al menos un cambiador de calor, se emplean dos cambiadores de calor. De acuerdo con una modalidad preferida de la invención, el cambiador (W140) de calor se usa para despresurizar una corriente de propeno comprimida de acuerdo con la etapa (viii) de la presente invención. Si es necesario y/o se desea, parte de la energía almacenada en la corriente de fondo obtenida de (iii) puede usarse en un cambiador (W120) de calor adicional en el que la mezcla (M) se calienta o se precalienta antes de que se introduzca en la columna (K100) de acuerdo con la etapa (i).

La Fig. 2 muestra otra modalidad preferida de la presente invención. En contraste con el procedimiento representado en la Fig. 1, el procedimiento de acuerdo con la Fig. 2 abarca un cambiador (W101) de calor adicional. Dependiendo de la cantidad de energía que se retire de la corriente de vapor comprimida y se transfiera a un hervidor empleado en la columna (K100) de destilación extractiva (etapa (vi)), podría ser necesario dividir la corriente de vapor comprimida y hacer pasar una parte de la corriente al cambiador (W100) de calor y una parte al cambiador (W101) de calor.

ES 2 296 217 T3

La Fig. 3 corresponde a la Fig. 1. Sin embargo, no se usa disolvente de extracción en el procedimiento que se representa en la Fig. 3. Por lo tanto, la Fig. 3 representa un procedimiento de acuerdo con la técnica anterior.

La Fig. 4 corresponde a la Fig. 2. Sin embargo, no se usa disolvente de extracción en el procedimiento que se representa en la Fig. 4. Por lo tanto, la Fig. 4 representa un procedimiento de acuerdo con la técnica anterior.

La Fig. 5 muestra un procedimiento en el que un cambiador (W230) de calor se usa para condensar la corriente superior de una columna (K200) de destilación extractiva. Como agente (3) de enfriamiento usado en el cambiador (W230) de calor, se emplea agua moderadamente enfriada y agua de enfriamiento, respectivamente. Para calentar el hervidor de la columna (K200), se emplea un cambiador (W200) de calor, y se usa vapor de agua (2) a baja presión como fuente de calentamiento. El cambiador (W220) de calor se usa para precalentar la mezcla (M) antes de que se introduzca en la columna (K200).

Ejemplos

Una corriente, la salida de una unidad de epoxidación de la que casi todos los componentes de bajo punto de ebullición se separaban, se somete a diferentes unidades de separación de PO/MeOH (ejemplos 1 a 5). En todos los ejemplos, esta corriente tiene la composición de acuerdo con la tabla 1:

TABLA 1

Composición de la corriente

corriente	% en masa
propileno	0,013423
formaldehído	0,011839
acetaldehído	0,026834
óxido de propileno	9,446765
metanol	71,97108
agua	17,54493
éteres glicólicos	0,43074
propilenglicol	0,051477
otros (productos de alto punto de ebullición)	súmese hasta 100

Ejemplo 1

Destilación extractiva a vacío con agua y compresión de la corriente superior

El procedimiento del ejemplo 1 se lleva a cabo en una unidad de los aparatos que se muestran en la Fig. 1 y la Fig. 2, respectivamente.

La corriente descrita anteriormente (tabla 1) se alimenta a una torre (K100) de destilación extractiva que contiene 80 etapas teóricas, equipada con un compresor (C100) eléctrico para comprimir la corriente de salida de vapor superior de la parte superior de la columna. La corriente comprimida se usa como fuente de calentamiento para un hervidor de la columna de destilación. Para esto, se emplea un cambiador (W100) de calor. La columna (K100) se hace funcionar a vacío a una presión de 500 mbar. Se usa agua como disolvente (1) de extracción.

Los puntos de alimentación son como sigue: la corriente de alimentación de la columna se alimenta en la fase 45 desde la parte superior de la columna, el agua se alimenta en la fase 12 desde la parte superior de la columna. El caudal del agente de extracción agua es 5,2% con respecto al óxido de propileno contenido en la corriente de alimentación.

Se obtiene óxido de propileno purificado en la parte superior de la torre. La torre se hace funcionar a una relación de reflujo másico (reflujo:destilado) de 3,9. La potencia del hervidor es 22 MW.

ES 2 296 217 T3

La corriente de óxido de propileno superior contiene, además de las contaminaciones de bajo punto de ebullición, 10 ppm de MeOH y 55 ppm de agua. La corriente de fondo contiene solo 50 ppm de óxido de propileno, MeOH, agua y todos los otros materiales de alto punto de ebullición.

- 5 Debido al uso de la corriente de vapor superior comprimida como una fuente de calentamiento para el hervidor, la columna puede hacerse funcionar sin ninguna corriente de calentamiento externa.

10 En el presente caso, se usa agua como disolvente de extracción. Así, no es necesario un circuito de reciclado de agua ya que el agua abandona la planta (junto con el agua obtenida como subproducto de la reacción de epoxidación y, si se usaba peróxido de hidrógeno acuoso para el procedimiento de epoxidación inicial, el agua comprendida en esta solución acuosa) y puede tratarse sin costes adicionales en una planta de tratamiento de aguas residuales.

Esta configuración es un modo muy eficaz y económico de separar óxido de propileno y MeOH.

15 Ejemplo 2

Destilación extractiva a vacío con propilenglicol y compresión de la corriente superior

20 El procedimiento del ejemplo 2 se lleva a cabo en una unidad de aparatos como los mostrados en la Fig. 1 y Fig. 2, respectivamente.

La corriente descrita anteriormente (tabla 1) se alimenta a una torre (K100) de destilación extractiva que contiene 80 etapas teóricas, equipada con un compresor (C100) eléctrico para comprimir la corriente de salida de vapor superior de la parte superior de la columna. La corriente comprimida se usa como fuente de calentamiento para un hervidor de la columna de destilación. Para esto, se emplea un cambiador (W100) de calor. La columna (K100) se hace funcionar a vacío a una presión de 500 mbar. Se usa agua como disolvente (1) de extracción.

30 Los puntos de alimentación son como sigue: la corriente de alimentación de la columna se alimenta en la fase 60 desde la parte superior de la columna, el propilenglicol se alimenta en la fase 2 desde la parte superior de la columna. El caudal del agente de extracción propilenglicol es 15,4% con respecto al óxido de propileno contenido en la corriente de alimentación.

35 Se obtiene óxido de propileno purificado en la parte superior de la torre. La torre se hace funcionar a una relación de reflujo másico (reflujo:destilado) de 4,7. La potencia del hervidor es 25,5 MW.

La corriente de óxido de propileno superior contiene, además de las contaminaciones de bajo punto de ebullición, 10 ppm de MeOH y no más de 1 ppm de agua. La corriente superior contiene 50 ppm de óxido de propileno, MeOH, agua, el propilenglicol añadido y todos los otros compuestos de alto punto de ebullición.

40 Debido al uso de la corriente de vapor superior comprimida como una fuente de calentamiento para el hervidor, la columna puede hacerse funcionar sin corriente de calentamiento externa.

45 Para obtener un beneficio económico adicional del uso de propilenglicol como disolvente de extracción, el propilenglicol debe reciclarse. Esto provoca inevitablemente costes adicionales, en comparación con el uso de agua como disolvente de extracción.

La comparación de estos dos ejemplos muestra que el agua es un disolvente de extracción más eficaz que el propilenglicol.

50 Ejemplo 3

Destilación extractiva con (a) agua y (b) propilenglicol a 2 bar sin comprimir la corriente superior (ejemplos comparativos)

55 Los procedimientos del ejemplo 3 se llevan a cabo en una unidad de aparatos como los mostrados en la Fig. 5. En la Fig. 5, se muestra un cambiador (W230) de calor en el que la corriente superior de una columna (K200) de destilación extractiva se enfría usando agua moderadamente enfriada y agua de enfriamiento, respectivamente. Para calentar el hervidor de la columna, se emplea un cambiador (W200) de calor y se usa vapor de agua de baja presión como fuente de calentamiento. El cambiador (W220) de calor se usa para precalentar la mezcla (M), es decir la mezcla de acuerdo con la tabla 1, antes de que se introduzca en la columna (K200).

65 (a) La corriente descrita anteriormente (tabla 1) se alimenta a una torre (K200) de destilación extractiva que contiene 80 fases teóricas. La columna (K200) se hace funcionar a una presión de 2 bar. Se usa agua como disolvente (1) de extracción. Debido al hecho de que no se lleva a cabo compresión de la corriente superior, debe usarse vapor de agua de baja presión como una fuente de calentamiento externa para calentar el hervidor de la columna. El condensador (W230) se hace funcionar con agua de la torre de enfriamiento. La potencia del hervidor es 31,5 MW, la potencia del condensador 30,2 MW. Los puntos de alimentación son como sigue: la corriente de alimentación de la columna se alimenta en la fase 50 desde la parte superior de

la columna, agua como agente de extracción se alimenta en la fase 12 desde la parte superior de la columna, a un caudal de 10,4% con respecto al óxido de propileno contenido en la corriente de alimentación. La torre se hace funcionar a una relación de reflujo másico (reflujo:destilado) de 6,1. Se recoge óxido de propileno purificado en la parte superior de la torre. La corriente de óxido de propileno superior contiene, además de compuestos de bajo punto de ebullición, 10 ppm de MeOH y 1.500 ppm de agua. La corriente de fondo contiene 50 ppm de óxido de propileno, MeOH, agua y todos los compuestos de alto punto de ebullición.

- (b) La corriente descrita anteriormente (tabla 1) se alimenta a una torre (K200) de destilación extractiva que contiene 80 fases teóricas. La columna (K200) se hace funcionar a una presión de 2 bar. Se usa propilenglicol como disolvente (1) de extracción. Debido al hecho de que no se lleva a cabo compresión de la corriente superior, debe usarse vapor de propilenglicol de baja presión como una fuente de calentamiento externa para calentar el hervidor de la columna. El condensador (W230) se hace funcionar con propilenglicol de la torre de enfriamiento. La potencia del hervidor es 36,5 MW, la potencia del condensador 34,5 MW. Los puntos de alimentación son como sigue: la corriente de alimentación de la columna se alimenta en la fase 60 desde la parte superior de la columna, propilenglicol como agente de extracción se alimenta en la fase 2 desde la parte superior de la columna, a un caudal de 30% con respecto al óxido de propileno contenido en la corriente de alimentación. La torre se hace funcionar a una relación de reflujo másico (reflujo:destilado) de 7,3. Se recoge óxido de propileno purificado en la parte superior de la torre. La corriente de óxido de propileno superior contiene, además de compuestos de bajo punto de ebullición, 10 ppm de MeOH. La corriente de fondo contiene 50 ppm de óxido de propileno, MeOH, agua, el propilenglicol añadido y todos los otros compuestos de alto punto de ebullición.

Ejemplo 4

Destilación fraccionada sin disolvente polar incluyendo compresión de la corriente superior (ejemplo comparativo)

El procedimiento del ejemplo 4 se lleva a cabo en una unidad de aparatos como la mostrada en la Fig. 3 y la Fig. 4, respectivamente.

La corriente descrita anteriormente (tabla 1) se alimenta a una torre (K100) de destilación que contiene 80 fases teóricas, equipada con un compresor (C100) para comprimir la corriente de salida de vapor superior de la parte superior de la columna. Esta corriente se usa como una fuente de calentamiento para el hervidor de la columna de destilación. La columna se hace funcionar a vacío a 500 mbar. No se usa disolvente de extracción. El punto de alimentación de la corriente de alimentación está en la fase 68 desde la parte superior de la columna. Se recoge óxido de propileno purificado en la parte superior de la torre. La torre se hace funcionar a una relación de reflujo másico (reflujo:destilado) de 9,4. La potencia del hervidor es 49,5 MW. La corriente de óxido de propileno superior contiene además de los compuestos ligeros 10 ppm de MeOH. La corriente de fondo contiene 50 ppm de óxido de propileno, MeOH, agua y todos los otros compuestos pesados.

La comparación de los ejemplos 1 y 4 muestra el efecto del agua como disolvente de extracción. Usando agua como disolvente de extracción, la potencia del hervidor y por consiguiente el tamaño del compresor pueden reducirse en aproximadamente 50%.

Ejemplo 5

Destilación extractiva con agua a vacío sin compresión de la corriente superior (ejemplo comparativo)

El procedimiento del ejemplo 5 se lleva a cabo en una unidad de aparatos como la mostrada en la Fig. 5.

La corriente descrita anteriormente (tabla 1) se alimenta a una torre (K200) de destilación extractiva que contiene 80 fases teóricas. Se usa vapor de agua de baja presión para calentar el hervidor de la columna, a través del cambiador (W200) de calor. El condensador (W230) se hace funcionar con agua moderadamente enfriada, que tiene que prepararse en una unidad para agua moderadamente enfriada (no mostrada). La columna (K200) se hace funcionar a vacío a 500 mbar. Se usa agua como disolvente (1) de extracción. Los puntos de alimentación son como sigue: la corriente de alimentación de la columna se alimenta en la fase 45 desde la parte superior de la columna, el agua como disolvente de extracción se alimenta en la fase 12 desde la parte superior de la columna, a un caudal de 5,2% con respecto al óxido de propileno contenido en la corriente en la alimentación. Se recoge óxido de propileno purificado en la parte superior de la torre. La torre se hace funcionar a una relación de reflujo másico (reflujo:destilado) de 3,9. La corriente de óxido de propileno superior contiene, además de los compuestos de bajo punto de ebullición, 100 ppm de MeOH y 55 ppm de agua. La corriente de fondo contiene 50 ppm de óxido de propileno, MeOH, agua y todos los otros compuestos de alto punto de ebullición.

ES 2 296 217 T3

La siguiente tabla 2 da una visión general de los ejemplos descritos:

TABLA 2

Visión general de los ejemplos descritos

ejemplo	1	2	3a	3b	4	5
disolvente de extracción	agua	propilenglicol	agua	propilenglicol	---	agua
presión de la parte superior [bar]	0,5	0,5	2	2	0,5	0,5
temperatura de la parte superior [°C]	16,1	16,1	54,8	54,8	16,1	16,1
compresión de la corriente de vapor superior	si	si	no	no	si	no
fases teóricas	80	80	80	80	80	80
punto de alimentación (desde la parte superior)	45	60	50	62	68	45
punto de alimentación del disolvente de extracción (desde la parte superior)	12	2	12	2	---	12
relación másica disolvente de extracción/óxido de propileno [%]	5,2	15,4	10,4	30	---	5,2
relación de reflujo másico	3,9	4,7	6,1	7,3	9,4	3,9
temperatura de fondo de (K100/200) [°C]	55,9	55,9	89,5	91,5	55,8	55,9
trazas de óxido de propileno en la corriente de fondo [ppm]	50	50	50	50	50	50
trazas de MeOH en la corriente de destilado [ppm]	10	10	10	10	10	10
potencia del hervidor [MW] de (K100) o (K200)	22	25,5	31,5	36,5	49,5	22
consumo energético del condensador eléctrico [MW](C100)	6	7,3	---	---	14,5	---
capacidad del condensador del agua de la torre de enfriamiento [MW](W230)	---	---	30,2	34,5	---	---
capacidad del condensador del agua moderadamente enfriada [MW](W230)	---	---	---	---	---	21,1
agua de la torre de enfriamiento [MW] (W130)	2,5	3,0	---	---	6,0	---
agua moderadamente enfriada [MW] (W140)	1,5	1,8	---	---	3,6	---
fuentes de calentamiento del hervidor de la columna (K100) o (K200)	vapor de la corriente superior comprimido	vapor de la corriente superior comprimido	vapor de agua de baja presión	vapor de agua de baja presión	vapor de la corriente superior comprimido	vapor de agua de baja presión

REIVINDICACIONES

1. Un método para separar óxido de propileno de una mezcla (M) que comprende óxido de propileno y metanol,
comprendiendo dicho método
 - (i) introducir dicha mezcla (M) en una columna de destilación extractiva;
 - (ii) introducir adicionalmente un disolvente de extracción en dicha columna de destilación extractiva;
 - (iii) destilar óxido de propileno por la parte alta de dicha columna de destilación extractiva como corriente superior;
 - (iv) retirar una corriente de fondo de dicha columna de destilación extractiva;
 - (v) comprimir la corriente superior obtenida por la parte alta en (iii) por medio de al menos un compresor para dar un vapor comprimido.
2. El método de acuerdo con la reivindicación 1, en el que, en (iii), la destilación se lleva a cabo a una presión de 1,5 bar o menos y, en (v), la corriente superior se comprime hasta una presión de más de 1,5 bar.
3. El método de acuerdo con la reivindicación 2, en el que, en (iii), la destilación se lleva a cabo a una presión de 300 a 750 mbar y una temperatura de fondo de 40 a 70°C y, en (v), la corriente superior se comprime hasta una presión de 2 a 4 bar.
4. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende adicionalmente
 - (vi) condensar el vapor comprimido obtenido en (v) y devolver al menos parte del calor de condensación a al menos un hervidor empleado en la columna de destilación extractiva.
5. El método de acuerdo con la reivindicación 4, que comprende adicionalmente
 - (vii) enfriar al menos parte del condensado obtenido en (vi) hasta una temperatura en el intervalo de 10 a 30°C en al menos un cambiador de calor y devolver esta parte del condensado enfriado como reflujo a la columna de destilación extractiva usada en (iii).
6. El método de acuerdo con la reivindicación 5, que comprende adicionalmente
 - (viii) despresurizar una corriente de propeno comprimida en el al menos un cambiador de calor en (vii), vaporizar la corriente de propeno en el al menos un cambiador de calor y subsiguientemente usar el propeno como reaccionante en una reacción que comprende hacer reaccionar propeno con peróxido de hidrógeno en metanol como disolvente y en presencia de un catalizador de lecho fijo de zeolita de titanio.
7. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la energía almacenada en la corriente de fondo obtenida en (iv) se usa al menos parcialmente para calentar o precalentar la mezcla (M) antes de que dicha mezcla se introduzca en la columna de destilación extractiva en (i).
8. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la mezcla (M) se forma en una reacción que comprende hacer reaccionar propeno con peróxido de hidrógeno en metanol como disolvente y en presencia de un catalizador de lecho fijo de zeolita de titanio.
9. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que se usa agua como disolvente de extracción.
10. El método de acuerdo con la reivindicación 9, en el que el agua se introduce como vapor a una presión de no más de 2 bar.
11. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que dicha mezcla (M) comprende de 5 a 50 por ciento en peso de óxido de propileno y de 50 a 85 por ciento en peso de metanol.
12. El método de acuerdo con la reivindicación 11, comprendiendo dicha mezcla (M) de 5 a 15 por ciento en peso de óxido de propileno y comprendiendo adicionalmente de 10 a 25 por ciento en peso de agua.
13. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en el que el disolvente de extracción se introduce en una cantidad de 2 por ciento en peso, basado en el peso total de la mezcla (M), o menos.
14. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que la columna de destilación extractiva tiene hasta 80 platos teóricos.

ES 2 296 217 T3

15. El método de acuerdo con la reivindicación 5, en el que la relación másica de reflujo a destilado, obtenida como corriente superior en (iii), es 4,9 o menos.

5 16. El método de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 15, en el que la corriente superior destilada por la parte alta comprende 100 ppm de metanol o menos y la corriente de fondo retirada de la columna de destilación extractiva tiene un contenido de óxido de propileno de 100 ppm o menos.

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Fig. 1

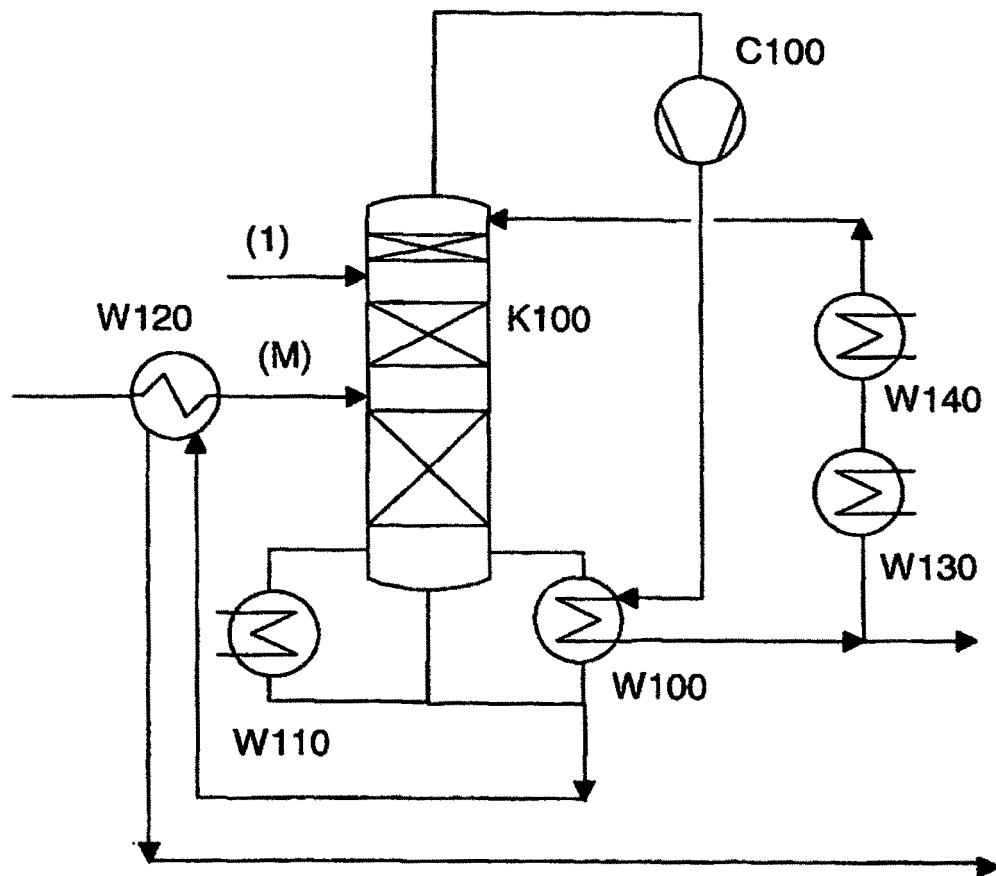


Fig. 2

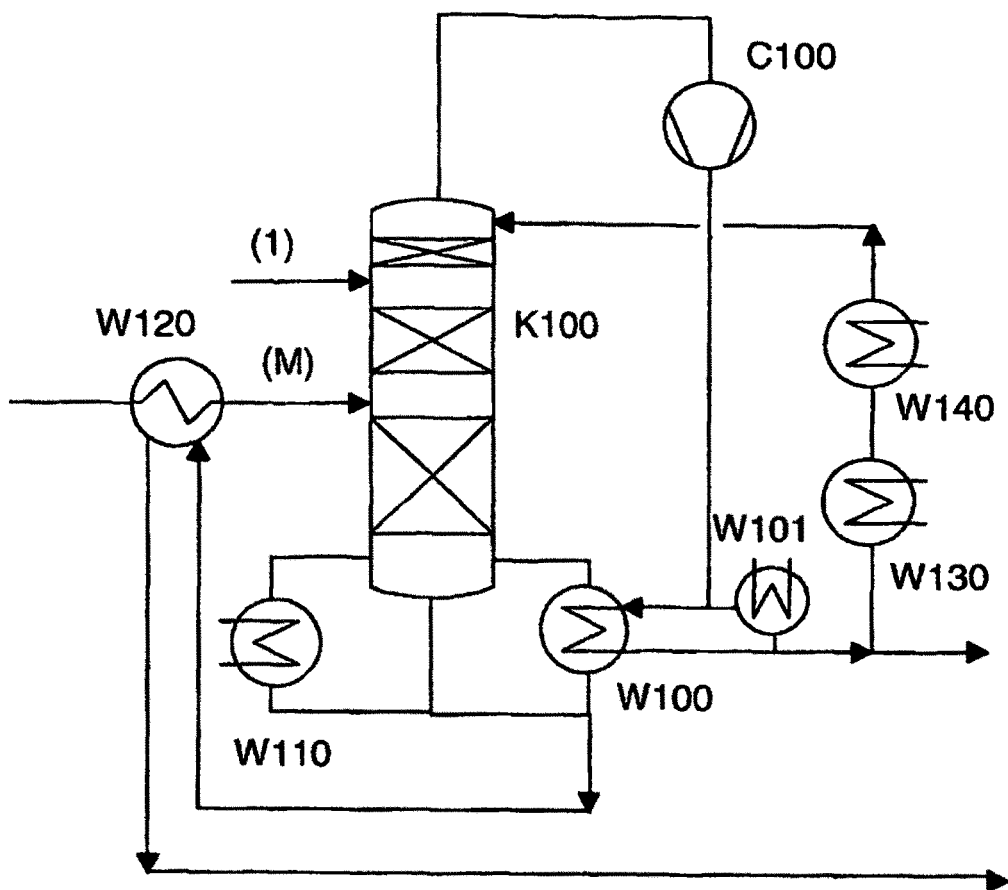


Fig. 3

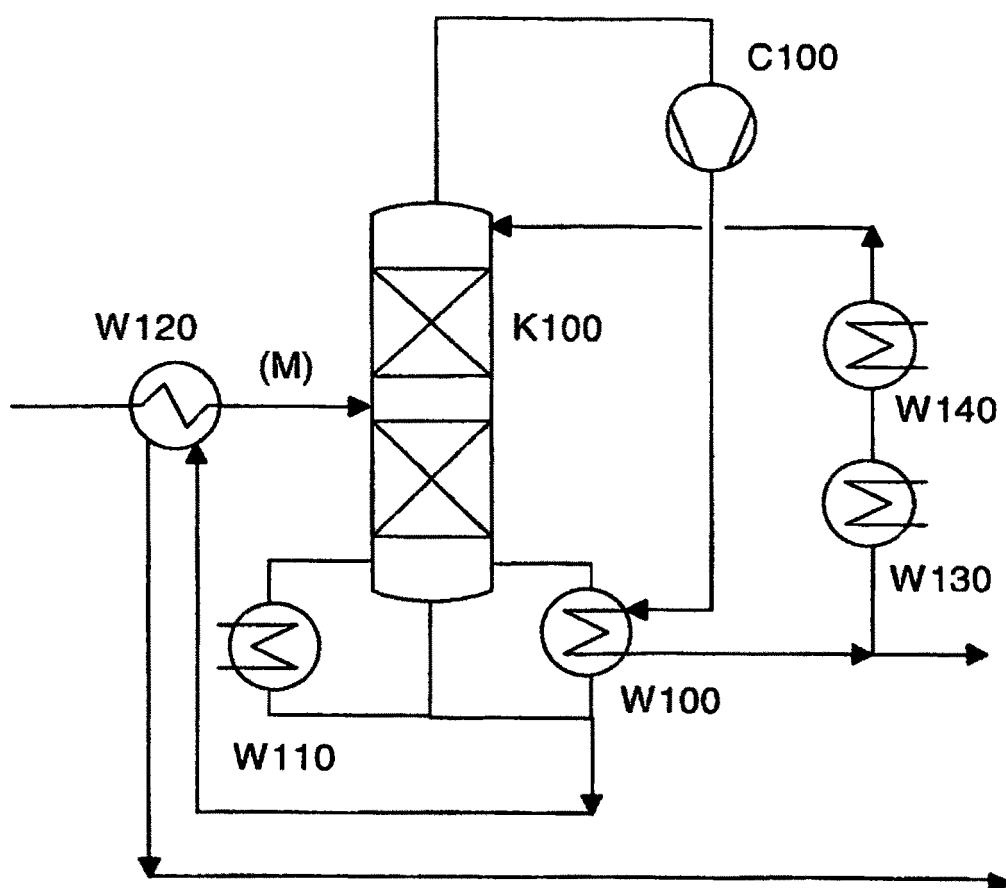


Fig. 4

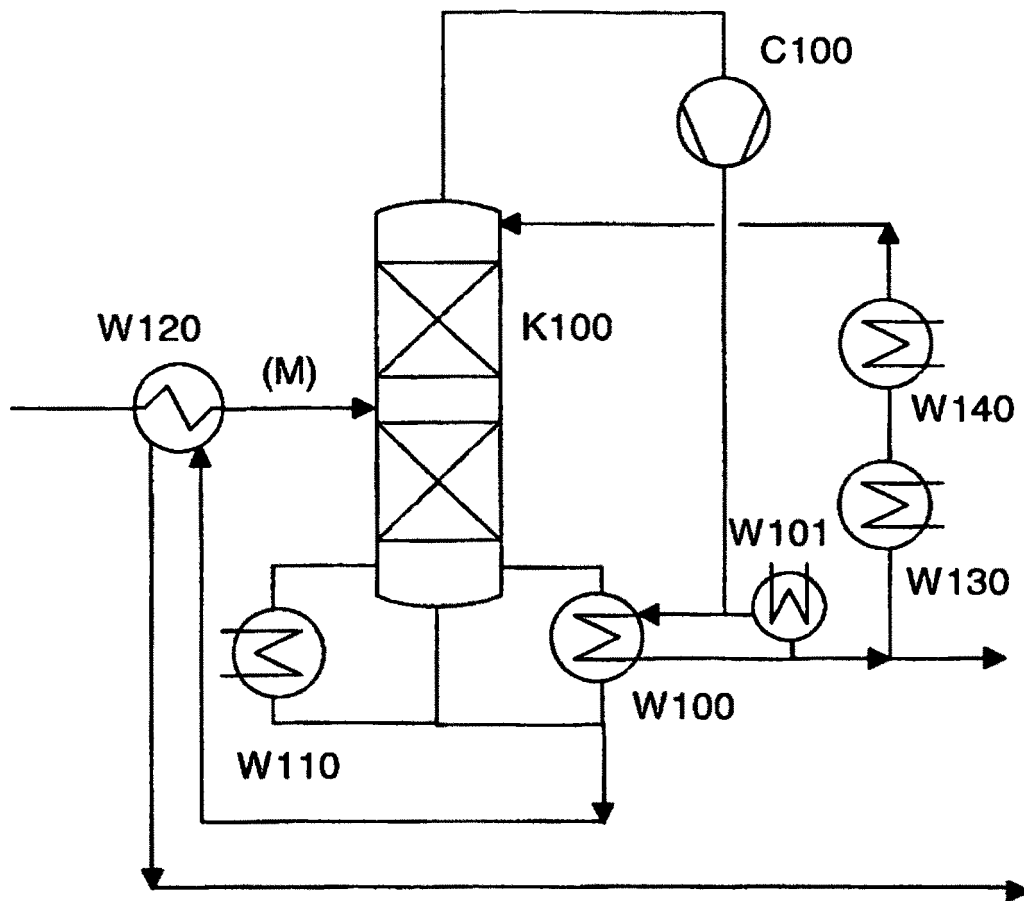


Fig. 5

