



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 339 819**

(51) Int. Cl.:

C07C 29/80 (2006.01)

C07C 31/20 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(96) Número de solicitud europea: **07730101 .8**

(96) Fecha de presentación : **12.06.2007**

(97) Número de publicación de la solicitud: **2035359**

(97) Fecha de publicación de la solicitud: **18.03.2009**

(54) Título: **Separación y purificación de glicoles.**

(30) Prioridad: **13.06.2006 EP 06253031**

(73) Titular/es: **SHELL INTERNATIONALE RESEARCH
MAATSCHAPPIJ B.V.
Carel van Bylandtlaan 30
2596 HR The Hague, NL**

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
25.05.2010

(72) Inventor/es:
**Bastings, Roel Guillaume Hubertus Leonardus y
Westerink, Anton Pieter**

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
25.05.2010

(74) Agente: **Ungría López, Javier**

ES 2 339 819 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 y purificación de glicoles.

5 Campo de la invención

La presente invención describe un aparato y un proceso para separar un catalizador de un producto monoetilenglicol bruto (MEG) y para purificar el MEG; y el uso del mismo en una planta de óxido de etileno (EO)/etilenglicol (EG).

10 Antecedentes de la invención

El MEG se utiliza predominantemente para elaborar fibras de poliéster, polietilenetereftalato (PET) y, en menor grado, en los sistemas de refrigeración de vehículos a motor, donde sirve como anticongelante.

15 Puede producirse MEG por la conversión catalizada homogéneamente de EO a EG, catalizada directamente, por ejemplo, por sales bicarbonato o metalato. Como alternativa, puede producirse MEG en un proceso de 2 etapas, un proceso de tipo cetal (catalizado por ácidos) o por carbonato de etileno (EC) catalizado, por ejemplo, por haluro de metal alcalino o alcalinotérreo o, cinc, estaño, alquilamina o amonio cuaternario o similares. En caso de este último, el proceso EO/EG integrado normalmente se divide en cuatro secciones: reacción de EO y retirada de CO₂ más **20** recuperación de EO; retirada de extremos livianos (LE) y purificación de EO; reacción de EC/EG y recuperación de EG; y purificación de MEG. En la sección de reacción de EC/EG, EO reacciona con CO₂ para EC en presencia de un catalizador homogéneo. El EC y el catalizador se proporcionan a una sección de hidrólisis en la que se hidroliza EC a MEG en presencia de catalizador, y se separa el catalizador de MEG para reciclar a la sección de reacción EC/EG.

25 En la memoria descriptiva de patente de Estados Unidos Nº 6.080.897 se muestra un proceso en el que un recipiente de separación de catalizador separa MEG del catalizador por evaporación del MEG, y el MEG evaporado se condensa posteriormente de nuevo para proporcionar un suministro de MEG líquido a una columna de purificación de MEG principal para la separación, rectificación y pasteurización. En un proceso de este tipo, la columna de purificación de MEG opera a presiones superiores que el recipiente de separación y se necesita una bomba o fuerza de gravedad para **30** transportar el MEG condensado a la columna de purificación de MEG.

35 La desventaja de este sistema es que la corriente MEG necesita evaporarse dos veces lo que significa una alta demanda de vapor. Se ha encontrado ahora que puede ahorrarse mucho en términos de vapor y de inversión si se limita el proceso a una única evaporación de la corriente de MEG, omitiendo la condensación de MEG y disminuyendo la presión de operación de la columna de purificación de MEG que permite el transporte de vapores de la sección de separación de catalizador a la purificación de MEG sin utilizar un dispositivo de transporte mecánico.

Sumario de la invención

40 De acuerdo con el aspecto más amplio de la invención, se describe un proceso para separar una solución de catalizador homogénea a partir de MEG bruto y para purificar MEG, para utilizar en un proceso para la conversión catalítica de EO a MEG, en el que el proceso comprende separar la solución de catalizador en una sección de separación de catalizador por evaporación de MEG bruto y suministro del MEG bruto a una sección de rectificación, una sección de separación, y entonces a una sección de pasteurización, cada sección opera a presión subatmosférica de 0,5 x 10⁵ Nm⁻², o menor, estando las secciones de rectificación y pasteurización a una presión menor que la de la sección de **45** separación de catalizador, en el que el proceso proporciona una presión diferencial entre las secciones de separación de catalizador y rectificación y en el que el MEG bruto en fase vapor de la sección de separación de catalizador se suministra como un suministro sustancialmente en fase vapor a la sección de rectificación.

50 En una primera realización preferida, las secciones de separación, rectificación y pasteurización operan con suministros internos en comunicación de presión abierta entre las secciones, y la sección de separación opera como una sección de separación lateral a presiones subatmosféricas, mayores que la presión de la sección de rectificación, con el suministro externo en comunicación de presión abierta con la sección de rectificación. Los líquidos condensados de la sección de rectificación se suministran externamente a la sección de separación. Los vapores MEG separados se devuelven después externamente entre las secciones de separación y rectificación.

Como alternativa, en una segunda realización las secciones de separación, rectificación y pasteurización operan con suministros internos en comunicación de presión abierta entre las secciones y la sección de separación se instala debajo de la sección de rectificación. En esta realización, la sección de separación de catalizador opera con un suministro externo en comunicación de presión abierta con la sección de rectificación. El bruto MEG en fase vapor de la sección de separación se suministra, preferiblemente externamente entre la sección de separación y rectificación.

60 La referencia en este documento a la comunicación de presión abierta quiere decir la operación sin el uso de medios para crear presión diferencial por encima de la que se crea por la operación de las propias secciones, por ejemplo, en boquillas, elementos internos, y similares.

En otro aspecto de la invención se proporciona un aparato de purificación de MEG para separar una solución de catalizador homogénea del MEG bruto y para purificar MEG, para utilizar en una unidad para la conversión catalítica

- de EO a MEG, en el que el aparato comprende una sección de separación de catalizador, una sección de rectificación de MEG, una sección de separación y una sección de pasteurización, en el que las secciones de rectificación y pasteurización de MEG se ubican dentro de una columna de purificación de MEG, y la sección de separación de catalizador se ubica en la columna de purificación de MEG o en un recipiente aguas arriba separado, y en el que la sección de separación proporciona una entrada de suministro de MEG bruto a la sección de rectificación de MEG y una salida para el catalizador separado, en el que la entrada de suministro de MEG bruto a la sección de rectificación de MEG es una entrada de suministro de vapor. La sección de separación se ubica en la columna de purificación de MEG o como un separador lateral.
- 10 En una primera realización preferida la sección de separación de catalizador se ubica en la columna de purificación de MEG por debajo de una entrada para introducir solución de catalizador homogénea en fase líquida en MEG a la sección de separación de catalizador, las secciones de rectificación y pasteurización de MEG se ubican por encima de la entrada dentro de la misma columna de purificación de MEG, y la entrada de suministro de MEG bruto de la sección de separación a la sección de rectificación de MEG es una entrada de suministro de vapor interna.
- 15 En esta realización preferida la sección de separación se proporciona como un separador lateral que comprende una entrada suministrada por una salida de líquido condensado de la sección de rectificación y que tiene una salida en fase vapor que vuelve a la entrada de suministro de vapor MEG bruto interna desde la sección de separación del catalizador hasta la sección de rectificación.
- 20 En una segunda realización la sección de separación de catalizador se ubica en un recipiente separado aguas arriba de la columna de purificación de MEG y la entrada de suministro de MEG bruto desde la sección de separación hasta la sección de rectificación de MEG es una entrada de suministro de vapor externa, más preferiblemente, una entrada de suministro de vapor lateral. En esta realización la sección de separación se proporciona en la columna de purificación de MEG por debajo de la sección de rectificación.
- 25 En otro aspecto de la invención se proporciona el uso de un aparato o proceso de la presente invención en una unidad o proceso para la conversión catalítica de EO a MEG, preferiblemente una planta EO/EG en la que el MEG está presente con el catalizador tal como se ha descrito anteriormente en este documento.
- 30 A pesar de que se conocen los sistemas, por ejemplo, del documento US-A-6.080.897, para separar la solución de catalizador del MEG bruto con la purificación de MEG por destilación secuencial típicamente en dos columnas de destilación, no existe un sistema que opere a baja presión de separación de la solución de catalizador del MEG bruto con la purificación de MEG en una columna o en una columna de purificación de MEG separada, y un recipiente de separación catalítica aguas arriba separado, y que además incluye glicoles flameados suministrados en la sección de rectificación aprovechando la generación de vapor de MEG en la primera sección de separación para utilizarlo en la segunda sección de rectificación sin condensar el MEG bruto después de la separación y antes de suministrarlo a la sección de rectificación. Esto produce un ahorro neto de energía y evita la necesidad de acumular intermedios y equipo de transporte para el MEG bruto condensado, en comparación con el proceso conocido que opera en una sección de condensación intermedia para permitir el suministro de MEG bruto líquido a una sección de rectificación y separación de mayor presión en la que se vaporiza nuevamente. Además, esto permite que la sección de separación maneje menor carga de vapor y líquido que la carga de líquido y vapor de las secciones de rectificación y pasteurización en la columna de purificación de MEG. En otra ventaja de la presente invención, ésta opera sin el uso de un dispositivo de transporte mecánico entre la sección de separación y rectificación de catalizador para transportar líquido condensado entre las secciones, en contraste con el proceso conocido. Globalmente esto da como resultado beneficios en términos de costes operativos y costes de construcción de la planta.

La invención también permite menores temperaturas de manipulación del MEG, y menor temperatura de manipulación de catalizador en la sección de separación de catalizador por operación a una menor presión. Otro beneficio de operar a bajas presiones es que la recuperación de MEG en la columna de purificación de MEG se simplifica aún más, lo que permite una mayor recuperación de energía en la sección de purificación de MEG y menor reciclaje de MEG. El suministro de MEG bruto como vapor a la columna de purificación de MEG combinado con la mayor selectividad del proceso de producción de glicol catalítico conduce a un menor tamaño de la sección de separación de la columna de purificación de MEG de la invención. Un diseño de equipo más compacto, por lo tanto, puede aplicarse en la realización preferida mediante la instalación de la sección de rectificación y pasteurización de la columna de purificación de MEG sobre la columna de purificación de MEG sobre la sección de separación de catalizador, e instalar la sección de separación como separador lateral próximo a la columna de purificación de MEG redispuesta, suministrada por una bandeja retráctil instalada entre las secciones de separación y rectificación del catalizador. Globalmente esto da como resultado beneficios en términos de costes operativos y costes de construcción de la planta.

60 Descripción detallada de la invención

Típicamente, el proceso y aparato de la invención separan la solución de catalizador derivada de una sección de deshidratación de glicol. La solución de catalizador está sustancial o predominantemente en fase líquida, a pesar de que puede incluir vapor, al entrar a la sección de separación. La solución de catalizador comprende catalizador en MEG bruto. En la sección de separación, la entrada de calor a una temperatura como se describe a continuación en este documento genera preferiblemente una separación por vaporización de MEG bruto en el que la fase vapor de MEG se separa de una solución de más de 0% p a 95% p de catalizador en MEG bruto que se recicla para su posterior uso

en la reacción de conversión de EO a MEG. Tal como se ha descrito anteriormente en este documento, se suministra el MEG bruto en fase vapor a la sección de rectificación en la que la transferencia de masa entre la fase líquida y la fase vapor confiere una rectificación, separar MEG como destilado de cabeza desde el dietilenglicol (DEG) hacia los glicoles de mayor temperatura de ebullición. El MEG separado se eleva a una sección de pasteurización en la que más transferencia de masa entre las fases confiere una separación de MEG desde una corriente superior del agua residual de menor temperatura de ebullición y otros componentes más livianos.

El proceso de la invención incluye una sección de separación que se lleva a cabo preferiblemente en un suministro de líquido desde la sección de rectificación que incluye MEG, DEG y glicoles superiores. La referencia en este documento a glicoles superiores es a trietilenglicol y glicoles sustituidos superiores. El separador proporciona un retorno de vapor superior de mayor concentración de MEG en comparación con el suministro.

El suministro líquido es preferiblemente un producto líquido de cola obtenido de la sección de rectificación, dirigido directamente hacia la sección de separación interna o hacia la sección de separación lateral. Los vapores superiores de la sección de separación ascienden hacia la sección de rectificación o se devuelven a la columna de purificación de MEG, y combinado con el vapor bruto de la sección de separación de catalizador, se suministran a la sección de rectificación. La sección de separación se opera a presiones subatmosféricas de $0,5 \times 10^5 \text{ Nm}^{-2}$ o menores pero mayores que la sección de rectificación. Esta disposición evita la necesidad de un dispositivo de transporte mecánico entre las secciones de separación y rectificación.

La sección de separación proporciona una corriente inferior de DEG concentrado y glicoles superiores a una columna de reciclaje de MEG que recupera MEG del DEG concentrado y glicoles superiores. En otra ventaja de la invención, la menor presión de operación en el separador lateral permite trabajar a menores temperaturas en los fondos del separador lateral, lo que minimiza la degradación térmica de MEG y también mejora la separación. El contenido de DEG y glicoles superiores de los fondos del separador lateral aumenta en comparación con el suministro con lo que una menor carga de MEG se envía a la columna de reciclaje de MEG. La menor carga de reciclaje de MEG en comparación con la invención anterior proporciona ventajas en términos de costes de operación y costes de construcción de la planta.

Preferiblemente, se utiliza calor en la sección de separación de catalizador y se recupera en la sección de separación superior desde la sección de pasteurización. Puede operarse un generador de vapor a bajas presiones porque el condensador de vapor superior de la sección de pasteurización o el condensador superior pueden utilizarse para calentar otra utilidad o corriente de proceso. El proceso y aparato de la invención se opera, por lo tanto, con recuperación de energía desde la sección de pasteurización superior en comparación con la de los sistemas de la técnica anterior, a pesar de que opera a presiones menores. Esto permite una mayor fracción de entrada de energía total requerida para la separación y purificación de MEG a ser operada en la sección de separación recuperándose la energía en el condensador superior de la columna de purificación de MEG, lo que permite una mayor recuperación de MEG en la sección de separación, pero sin degradación de la misma en virtud de la operación de presión reducida.

Esto es de utilidad porque la energía que se utiliza para recuperar el MEG en la columna de reciclado de MEG no puede recuperarse debido a que la temperatura de operación es muy baja. Esto hace que sea atractivo recuperar tanto MEG como sea posible en el separador debido a que la energía puede recuperarse para un beneficio útil. Cuanto más MEG se transfiera a la columna de reciclaje de MEG menor fracción de energía se recupera en el condensador de la columna de purificación de MEG.

Existe un equilibrio entre disminuir la presión y disminuir la temperatura del separador y conservación del producto MEG y catalizador, y reducir la temperatura del fondo del separador y la carga y carga de reciclaje de MEG, en comparación con el mantenimiento de la presión que permite una recuperación de energía suficiente en la sección de pasteurización superior. Preferiblemente, el proceso se opera a presiones en la separación, rectificación, separación y pasteurización respectiva, que son, como mínimo $0,01 \times 10^5 \text{ Nm}^{-2}$, más preferiblemente al menos $0,02 \times 10^5 \text{ Nm}^{-2}$, y especialmente al menos $0,05 \times 10^5 \text{ Nm}^{-2}$. Preferiblemente, el proceso se opera a presiones en la separación, rectificación, retirada, y pasteurización respectivas, como máximo son $0,5 \times 10^5 \text{ Nm}^{-2}$, más preferiblemente como máximo $0,4 \times 10^5 \text{ Nm}^{-2}$, y especialmente como máximo $0,2 \times 10^5 \text{ Nm}^{-2}$.

Preferiblemente, las secciones de rectificación y pasteurización, y cuando se encuentran incluidas en la misma columna, las secciones de separación y retirada de catalizador, operan de forma integral en comunicación de presión abierta, lo que simplifica el suministro interno entre secciones. Preferiblemente, el suministro interno es impulsado por la presión diferencial en la longitud de la columna de purificación de MEG, y recipiente de separación de catalizador aguas arriba o separador lateral, cuando está presente. En algunas instancias, se utiliza gravedad para facilitar que el suministro, por ejemplo líquido, se desplace lateralmente a un separador lateral, si está presente. Preferiblemente, la presión diferencial a través de la columna de purificación de MEG es menor de $0,3 \times 10^5 \text{ Nm}^{-2}$, preferiblemente menor de $0,1 \times 10^5 \text{ Nm}^{-2}$, con menor presión a través de la elevación de la columna de purificación de MEG.

El proceso de la invención se opera a presiones subatmosféricas al tiempo que la operación puede ser a menores temperaturas que en otros casos. Preferiblemente, la temperatura en el proceso de purificación de MEG combinado es al menos 50°C y como máximo 200°C , por ejemplo, según el tipo de catalizador, la calidad de MEG y la presión que prevalece, más preferiblemente al menos 100°C y como máximo 170°C , lo que facilita la recuperación de energía y conserva la calidad de MEG, y especialmente al menos 120°C y como máximo 160°C .

ES 2 339 819 T3

En lo que respecta ahora al otro aspecto de la invención tal como se ha descrito anteriormente en este documento, preferiblemente, el aparato comprende entradas, salidas de suministro, elementos internos, y similares, que confieran menores caídas de presión, lo que cumple con las limitaciones en las caídas de presión permitidas.

5 Preferiblemente, el aparato comprende una entrada de suministro líquido a la sección de separación de catalizador, suministrado desde una unidad de deshidratación de EG. Puede utilizarse cualquier entrada de suministro adecuada, y preferiblemente se utiliza un suministro de velocidad baja para optimizar la separación de los vapores vaporizados en la entrada. Preferiblemente, la entrada proporciona una gran área superficial para facilitar la separación de MEG bruto.

10 15 El aparato de la invención proporciona la separación por evaporación instantánea del catalizador del vapor de MEG *in situ* dentro de la columna de purificación o en un recipiente de separación aguas arriba de la columna. Preferiblemente, la sección de separación del catalizador incluye medios para la entrada de calor. Preferiblemente, la entrada de calor por medio de un revaporizador, preferiblemente, un revaporizador de tipo de película descendente. Esto presenta la ventaja de que el catalizador posee menores temperaturas superficiales y menor tiempo de residencia en el revaporizador, lo que limita el calentamiento del catalizador.

20 El catalizador separado como solución concentrada en MEG se descarga por la salida inferior. Preferiblemente, la salida inferior incluye un quebrador por torbellino.

25 30 Se ha llegado al inesperado hallazgo de que es posible suministrar el MEG bruto separado de la sección de separación de catalizador como corriente de vapor hacia la sección de purificación, sin que sea necesaria la condensación intermedia del MEG separado, el transporte mecánico y la reevaporación en la purificación destilada. Por lo tanto, puede llevarse a cabo la separación de catalizador en un recipiente aguas arriba separado o en una sola columna de purificación de MEG. Preferiblemente, las secciones de separación, rectificación y pasteurización son de diámetros sustancialmente iguales. La sección de separación puede ser de menor diámetro que las otras secciones. Por lo tanto, la separación puede llevarse a cabo en un separador lateral de menor diámetro o en una sola columna de purificación de MEG, en la que puede proporcionarse una sección de acoplamiento entre las secciones de rectificación y separación, hacia una sección de separación de diámetro menor. En una ventaja en particular la sección de separación de catalizador comprende un colector de menor diámetro que la sección principal en la que se mantiene el catalizador y el tiempo de residencia es mínimo y el calentamiento del catalizador se minimiza.

35 En la realización preferida la columna de purificación de MEG incluye una salida de líquido para la fase líquida MEG, DEG y glicoles de mayor temperatura de ebullición hacia un separador lateral, y una entrada de vapor de retorno para el MEG concentrado separado, la salida y la entrada se ubican entre la sección de separación de catalizador y la sección de rectificación. Preferiblemente, la salida es una caída por gravedad.

40 La bandeja retraible permite el paso de vapores desde la sección de separación de catalizador hacia la sección de rectificación, y recoger el líquido desde la sección de rectificación para el pasaje al separador lateral, que se ubica preferiblemente entre la sección de separación de catalizador y la sección de rectificación.

45 Preferiblemente, el separador lateral es de menor diámetro que las secciones de separación, rectificación y pasteurización de catalizador de la columna de purificación, debido a que las cargas de líquido y vapor en el separador lateral se reducen por suministro directo de vapor hacia la sección de rectificación y selectividad mejorada de la reacción de glicol catalítico, en particular con menor DEG y mayor carga de glicoles. La incorporación como separador lateral posee la ventaja de que no se instala una sección de acoplamiento entre la sección de rectificación y separación. Esto posee la ventaja de menores costes de construcción de las unidades debido a que puede fabricarse un diseño más compacto.

50 55 El separador lateral proporciona una salida superior para el MEG separado. El separador lateral incluye una salida inferior para el DEG concentrado y glicoles superiores hacia la columna de reciclado de MEG que recupera MEG residual para el reciclaje hacia el deshidratador. La columna de reciclaje de MEG opera a presiones menores que el separador lateral para recuperar el MEG para el reciclaje. En una ventaja particular el separador lateral recupera más MEG en comparación con el proceso de la técnica anterior, mientras que una menor carga de MEG incluida en la corriente de salida inferior se envía a la columna de reciclaje de MEG. Por lo tanto, preferiblemente, el reciclado de MEG es de menor carga en comparación con la técnica anterior, lo que significa una ventaja en lo que respecta a los costes de operación y de construcción de la planta.

60 65 La columna de purificación de MEG de la invención comprende suministros de vapor internos entre las secciones. Se ha llegado al inesperado hallazgo de que si es posible suministrar corrientes de vapor y reflujo opuestas internamente con arrastre mínimo, es posible integrar la sección de separación y rectificación del catalizador en un único recipiente en la realización preferida tal como se ha descrito anteriormente en este documento. Preferiblemente, la columna de purificación de MEG proporciona una bandeja de bajada de producto MEG que permite el pasaje de suministro de vapor desde la sección de rectificación hacia la sección de pasteurización y proporciona el retorno de MEG desde la sección de pasteurización para su recolección como producto MEG, preferiblemente como líquido de salida lateral. La sección de pasteurización se ubica por encima de la salida de producto MEG, junto con una salida de vapor superior para MEG, agua residual y otros componentes livianos, un reflujo de producto superior condensado y una corriente de salida líquida para retirar agua y componentes livianos.

ES 2 339 819 T3

Además, en la realización preferida la columna de purificación de MEG proporciona una bandeja de bajada adicional que permite el pasaje de suministro de vapor desde la sección de separación hasta la sección de rectificación de MEG y proporciona el retorno de líquido que contiene MEG, DEG y glicoles de mayor temperatura de ebullición desde la sección de rectificación para su salida hacia el separador lateral.

5 Preferiblemente, las bandejas de bajada proporcionan una caída baja de presión. Adecuadamente, por ejemplo, una bandeja de bajada comprende una bandeja de chimenea, un colector de álabes o un colector de cuneta de dos pisos.

10 El aparato puede además comprender elementos internos para simplificar la separación y distribución dentro de las secciones y entre las mismas, por ejemplo, una o más láminas de separación de partículas, distribuidores de gravedad y similares.

15 Las secciones de rectificación, pasteurización, y separación incluyen adecuadamente elementos internos tales como, preferiblemente, relleno estructurado, o menos preferido relleno aleatorio, generar un perfil de temperatura a lo largo de la elevación del mismo, permitiendo así la separación del vapor MEG del DEG y glicoles de mayor temperatura de ebullición en la sección de rectificación y sección de separación, y separar el MEG del agua residual y otros componentes livianos en la sección de pasteurización. El perfil de temperatura puede regularse por la naturaleza y la concentración y la densidad de los elementos internos tal como se conoce en la técnica.

20 20 Preferiblemente, un distribuidor de gravedad proporciona una distribución de líquido a los elementos internos en las secciones de rectificación, pasteurización y separación, lo que permite el máximo contacto del vapor y el líquido, para garantizar la rectificación y pasteurización óptima con baja caída de presión.

25 25 Tal como se ha descrito anteriormente en este documento, la sección de pasteurización incluye una destilación superior hacia un recipiente de recuperación de energía generador de vapor u otro aparato de calentamiento de corriente de proceso o dispositivo para recuperar la salida de calor hacia la columna de purificación de MEG y el separador lateral. Preferiblemente, el condensador opera a presiones subatmosféricas de menos de $0,5 \times 10^5 \text{ Nm}^{-2}$ y es capaz de recuperar calor de condensación de los vapores superiores de la columna de purificación de MEG a temperaturas mayores de 50°C, preferiblemente mayores de 100°C, más preferiblemente mayores de 120°C y transferir este calor para su utilización en otro lado en la unidad o en las unidades asociadas.

30 35 El aparato y proceso de la invención puede utilizarse en cualquier proceso para la conversión catalítica de EO a MEG. Preferiblemente, el uso es en una unidad o proceso para la conversión catalizada homogénea de EO a MEG producido por un proceso de dos etapas, un proceso de tipo cetal (catalizado por ácidos), o por un EC catalizado, por ejemplo, por haluro de metal alcalino o alcalinotérreo, cinc, estaño, alquilamina o amonio cuaternario o similares, o cualquier otro proceso homogéneo catalizado.

40 45 Preferiblemente, el sistema se utiliza en un proceso catalítico para crear MEG que comprende una etapa en la que se permite que EO reaccione con CO₂ en presencia de un catalizador, lo que afecta a la formación de una solución de reacción que contiene EC, y una etapa en la que se convierte la solución de reacción en una solución acuosa de EG por hidrolización de EC en la solución de reacción, una etapa de destilación en la que se retira el agua de la solución acuosa de EG, y una etapa de destilación en la que se obtiene EG purificado y una solución que contiene el catalizador de la solución de EG resultante por destilación.

50 55 Preferiblemente, el catalizador en dicho proceso es un catalizador homogéneo, más preferiblemente un haluro de metal alcalino como bromuro o yoduro, opcionalmente en combinación con un catalizador éter corona, un haluro de metal alcalinotérreo, un catalizador de cinc homogéneo, un compuesto de estaño orgánico o un compuesto de germanio o telurio, o preferiblemente una alquilamina o un amonio cuaternario tal como haluro de amonio cuaternario o un haluro de fosfonio cuaternario. Se describen los catalizadores adecuados en el documento US 6.080.897 cuyos contenidos se incluyen como referencia en este documento. Los catalizadores homogéneos preferiblemente para la etapa de hidrólisis que convierte EC a MEG incluyen carbonatos como carbonato de potasio, molibdato de potasio tal como se describe en el documento US 4.283.580, y similares. Se conocen otros catalizadores homogéneos para la conversión directa de EO a MEG, por ejemplo en el documento EP-1.484.300-A1, cuyo contenido se incorpora en este documento como referencia.

60 Preferiblemente, la invención se utiliza en un proceso en el que la conversión a MEG, DEG y glicoles superiores es sustancialmente del 100%, caso en el que sustancialmente no existen intermedios, como EC, que haya que separar. Preferiblemente, el proceso es altamente selectivo para MEG.

65 La invención se ilustra ahora de modo no limitativo con respecto a las siguientes figuras, en las que:

La Figura 1 ilustra un proceso y aparato de purificación de MEG de la técnica anterior, como se muestra en el documento US-A-6.080.897;

Las Figuras 2 y 3 ilustran realizaciones del proceso y aparato de purificación de MEG de la invención.

ES 2 339 819 T3

En la Figura 1, se muestra un reactor de glicol (1), una unidad de deshidratación de EG (2), un recipiente o evaporador de separación (instantánea) de catalizador (3), una columna de purificación de MEG (4), una sección de separación incorporada (7), una sección de rectificación (5), y una sección de pasteurización (6). El líquido condensado del recipiente de combustión (3) se acumula en un tambor (no mostrado), y luego se transporta, por bombeo o por gravedad, a la columna (4).

En la Figura 2, se muestra un reactor de glicol (1), una unidad de deshidratación de EG (2), una sección de separación de catalizador (3) incorporada, una columna de purificación de MEG (4), una sección de rectificación de MEG (5), y una sección de pasteurización (6). Se muestra el separador lateral de MEG (7) y una columna de reciclaje de MEG (22). Cada unidad de deshidratación de EG (2), columna de purificación de MEG (4), separador lateral de MEG (7) y columna de reciclaje de MEG (22) incorporan un revaporizador, tal como se muestra. El deshidratador (2) y la columna de reciclaje de MEG (22) incorporan un condensador de agua fría en la sección superior.

En lo que respecta a la Figura 2, el fondo del deshidratador de glicol contiene mayoritariamente MEG, algo de catalizador y una cantidad minoritaria de DEG y se dirigen hacia la columna de purificación de MEG (4). Esta columna de vacío opera a condiciones subatmosféricas y consiste en una sección de separación de catalizador inferior (3), una sección de rectificación media (5) y una sección de pasteurización superior (6) que están separadas por bandejas de retirada de líquido total (8, 9). En la sección de separación de catalizador inferior (3) se vaporiza la mayoría del MEG presente en el suministro de la columna (11). Se recupera la solución de catalizador concentrada en MEG como corriente inferior (12), y se vuelve a reciclar hacia el proceso, por ejemplo, hacia un reactor EC (no mostrado) por una bomba de reciclaje del catalizador (no mostrada).

La entrada de calor hacia la columna de purificación de MEG tiene lugar mediante un revaporizador de película descendente de separador de catalizador (13).

La sección superior de la columna de purificación de MEG (4), la sección de pasteurización (6) contiene un relleno y separa el agua residual y otros componentes livianos, se retira como destilado superior (16) del producto MEG. El MEG de alta pureza se recupera como corriente lateral líquida (14) y se dirige hacia el almacenamiento de MEG purificado (15).

Los vapores del destilado superior (16) de la columna de purificación de MEG (4) se condensan en un condensador (17) que genera vapor de baja presión o calentamiento de otro medio. El condensador posee una baja diferencia de temperatura que requiere un cuidadoso control de la presión en la columna. El condensado superior (18) de la columna de purificación de MEG (4) se recoge en el tambor de reflujo de columna de purificación de MEG (19) desde la que se dirige al deshidratador de glicol (2) para la retirada del agua y otros componentes livianos. Parte se devuelve a la columna de purificación de MEG (4) como reflujo.

La sección de rectificación media (5) de la columna de purificación de MEG (4) contiene relleno y separa MEG del DEB más componentes más pesados. El DEG y los componentes más pesados se acumulan en la parte inferior (21) de la sección de rectificación (5) de la columna de purificación de MEG (4) y se retiran de la columna por la bandeja de salida de líquido (9) como suministro del separador lateral (20). Además, se concentra MEG en el separador lateral de MEG (7) y DEG y los glicoles más pesados se separan del MEG en el separador lateral de MEG (7) y la columna de reciclaje de MEG (22). La temperatura del fondo del separador (7) se controla con el control del flujo de vapor hacia el revaporizador del separador lateral de MEG (23), un revaporizador de película descendente impulsado por vapor u otro medio de calentamiento.

El separador lateral de MEG (7) es una columna al vacío que opera en condiciones máximas de vacío ligeramente menor que la columna de purificación y contiene un lecho de relleno. El separador lateral (7) concentra DEG y los componentes más pesados en los fondos del separador lateral (24). El vapor superior del separador lateral (25), principalmente MEG, se devuelve a la sección de rectificación (5) de la columna de purificación de MEG (4).

La columna de reciclaje de MEG (22) es una columna de destilación al vacío que opera a condiciones máximas en el condensador interno del vacío más profundo que la columna de purificación de MEG. La columna recupera MEG residual que está presente en la corriente del fondo del separador lateral de MEG (24). La columna de reciclaje (22) incluye relleno. La entrada de calor se hace por revaporizador de tipo película descendente impulsada por vapor u otro medio de calentamiento. La columna incorpora un condensador superior, en este caso como condensador interno para reducir la caída de presión. El líquido del condensador se recoge sobre una bandeja retráctil de líquido que también puede actuar como acumulador. Se recupera MEG como producto superior de columna de reciclaje de MEG (26) y se recicla al deshidratador de glicol (2) donde se retira cualquiera de los productos de descomposición livianos. Los fondos de la columna de reciclaje de MEG (27) contienen DEG altamente concentrado y se descarga al almacenamiento para un procesamiento adicional.

La Figura 3 muestra una realización alternativa a la Figura 2 en la que la sección de separación de catalizador (3) se ubica aguas arriba de la columna de purificación de MEG (4), la columna de purificación de MEG incluye una sección de separación (7), una sección de rectificación (5) y una sección de pasteurización (6) en diseño apilado. La sección de separación (7) es de menor diámetro que las secciones de rectificación (5) y pasteurización (6), existiendo una sección de acoplamiento entre las secciones de separación (7) y rectificación (5). El suministro de vapor se proporciona por la entrada lateral (11a) desde la sección de separación de catalizador (3) hacia las secciones intermedias de separación

ES 2 339 819 T3

(7) y rectificación (5). Los componentes DEG y más pesados se acumulan en la parte inferior (21) de la sección de rectificación (5) de la columna de purificación de MEG (4), como en la Figura 2, pero en esta realización no se retiran de la columna sino que se suministran a la sección de separación (7).

5 La columna de purificación de MEG, el recipiente de separación de catalizador y el separador de MEG lateral están presentes, y la columna de reciclaje de MEG se opera en condiciones subatmosféricas. Debido a que existen limitaciones en la caída de presión permitida en las columnas, se emplea relleno con baja caída de presión. El relleno adecuado tiene una retención de líquido baja. También se seleccionan revaporizadores de película descendente de todas las columnas, para minimizar la descomposición térmica de producto MEG o de catalizador.

10 Las ventajas de coste de construcción de la planta consisten en un diseño de columna de purificación de MEG compacto (Figura 2) o, en menor grado, un diseño de acoplamiento (Figura 3) y un menor tamaño de diseño de columna de reciclado de MEG y equipo asociado. El ahorro operativo se consigue porque se recupera relativamente
15 más energía para la separación de MEG en el condensador de purificación de MEG y se evita una entrada de energía extra al introducir la corriente de MEG bruto como vapor a la sección de rectificación directamente desde la sección de separación del catalizador.

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

- 5 1. Un proceso para separar una solución de catalizador homogénea de un monoetilenglicol bruto (MEG) y para purificar MEG, para utilizarlo en un proceso para la conversión catalítica de EO a MEG, en el que el proceso comprende separar la solución de catalizador en una sección de separación de catalizador, por la evaporación de MEG bruto y el suministro de MEG bruto a una sección de rectificación, una sección de separación, y luego una sección de pasteurización, operándose cada sección a presiones subatmosféricas de $0,5 \times 10^5 \text{ Nm}^{-2}$ o menores, estando las secciones de rectificación y pasteurización a una presión menor que la de la sección de separación del catalizador, en el que el proceso proporciona una presión diferencial entre las secciones de separación y rectificación del catalizador, y en el que el MEG bruto en fase de vapor de la sección de separación de catalizador se suministra como suministro en fase sustancialmente vapor a la sección de rectificación.
- 10 2. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que las secciones de separación, rectificación y pasteurización se ubican en una columna de purificación de MEG y operan con suministros internos en comunicación de presión abierta entre las secciones, y la sección de separación se ubica externamente a la columna de purificación de MEG y opera como una sección de separación lateral a una presión subatmosférica mayores que la presión de la sección de rectificación, con el suministro externo en comunicación de presión abierta con la sección de rectificación.
- 15 3. El proceso de acuerdo con la reivindicación 2, en el que los vapores condensados de la sección de rectificación se suministran externamente a la sección de separación y los vapores de MEG separados se devuelven externamente a una zona entre las secciones de separación y rectificación.
- 20 4. El proceso de acuerdo con la reivindicación 1, en el que las secciones de separación, rectificación y pasteurización se ubican en la columna de purificación de MEG y operan con suministros internos en comunicación de presión abierta entre las secciones, y la sección de separación se ubica por debajo de la sección de rectificación, y la sección de separación de catalizador se ubica externamente a la columna de purificación de MEG y opera con el suministro externo en comunicación de presión abierta con la sección de rectificación.
- 25 5. El proceso de acuerdo con la reivindicación 4, en el que el suministro de MEG bruto en fase vapor se suministra externamente hacia y entre las secciones de separación y rectificación.
- 30 6. El proceso de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 5, en el que la entrada de calor en la sección de separación del catalizador y la sección de separación se recupera en una destilación superior de la sección de pasteurización.
- 35 7. Un aparato de purificación de monoetilenglicol (MEG) para la separación de una solución de catalizador homogénea del MEG bruto y para purificar MEG, para utilizar en una unidad para la conversión catalítica de óxido de etileno (EO) a MEG, en el que el aparato comprende
- 40 una sección de separación de catalizador, una sección de rectificación de MEG, una sección de separación y una sección de pasteurización,
- 45 en el que las secciones de rectificación y pasteurización de MEG se ubican dentro de la columna de purificación de MEG, y la sección de separación de catalizador se ubica en la columna de purificación de MEG o en un recipiente aguas arriba separado, y en el que la sección de separación proporciona una entrada de suministro de MEG bruto a la sección de rectificación de MEG y una salida para el catalizador separado, en el que la entrada de suministro de MEG bruto a la sección de rectificación de MEG es una entrada de suministro de vapor.
- 50 8. El aparato de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la sección de separación de catalizador se ubica en una columna de purificación de MEG por debajo de una entrada para introducir solución de catalizador homogénea en fase líquida en MEG a la sección de separación de catalizador, y las secciones de rectificación y pasteurización de MEG se ubican por encima de la entrada dentro de la misma columna de purificación de MEG, y la entrada de suministro de MEG bruto de la sección de separación a la sección de rectificación de MEG es una entrada de suministro de vapor interno.
- 55 9. El aparato de acuerdo con la reivindicación 8, en el que la sección de separación se proporciona como un separador lateral con una entrada suministrada por una salida de líquido condensado de la sección de rectificación, con una salida en fase vapor que vuelve a la entrada de suministro de vapor de MEG bruto interno desde la sección de separación del catalizador hacia la sección de rectificación.
- 60 10. El aparato de acuerdo con la reivindicación 7, en el que la sección de separación del catalizador se ubica en un recipiente separado aguas arriba de la columna de purificación de MEG y la entrada de suministro de MEG bruto de la sección de separación hacia la sección de rectificación de MEG es una entrada de suministro de vapor externo.
- 65 11. El aparato de acuerdo con la reivindicación 10, en el que la sección de separación se proporciona en la columna de purificación de MEG por debajo de la sección de rectificación.

ES 2 339 819 T3

12. El uso de un proceso o aparato de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en una unidad o proceso para la conversión catalítica de EO a MEG, en el que el MEG está presente en combinación con un catalizador homogéneo.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

Figura 1

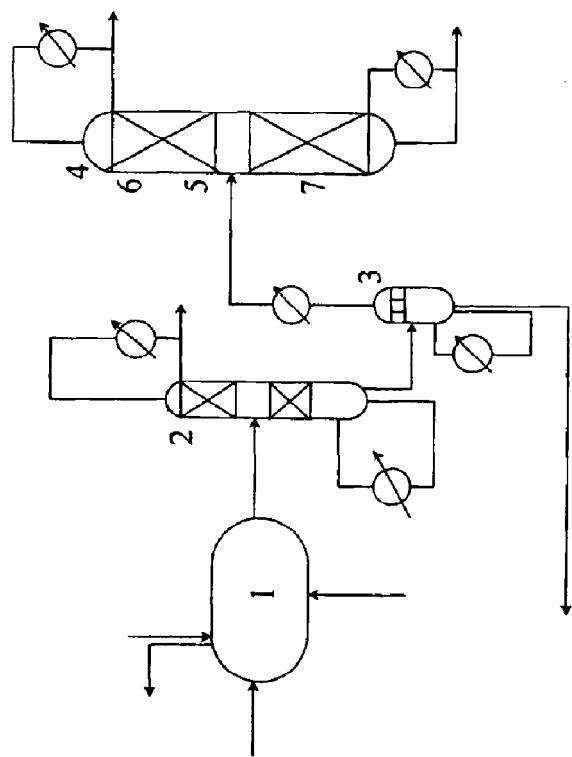
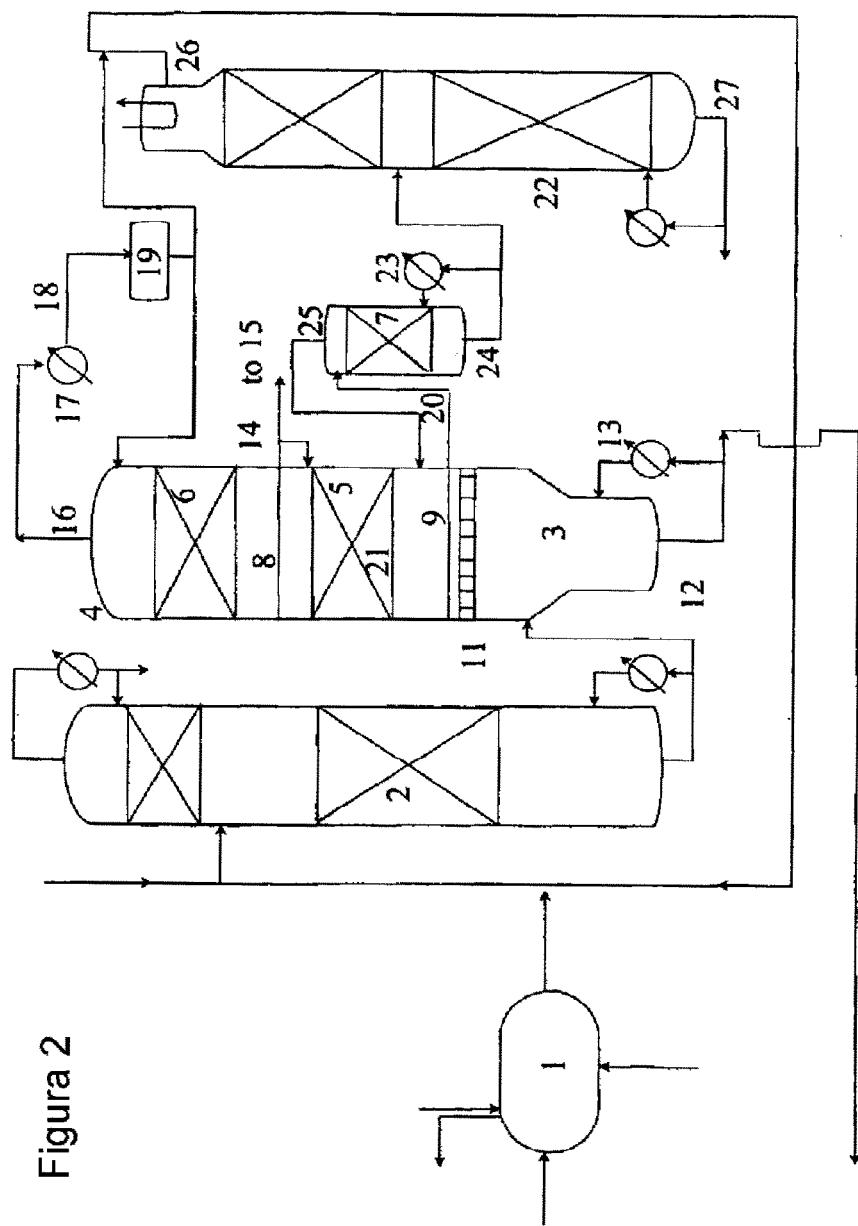


Figura 2



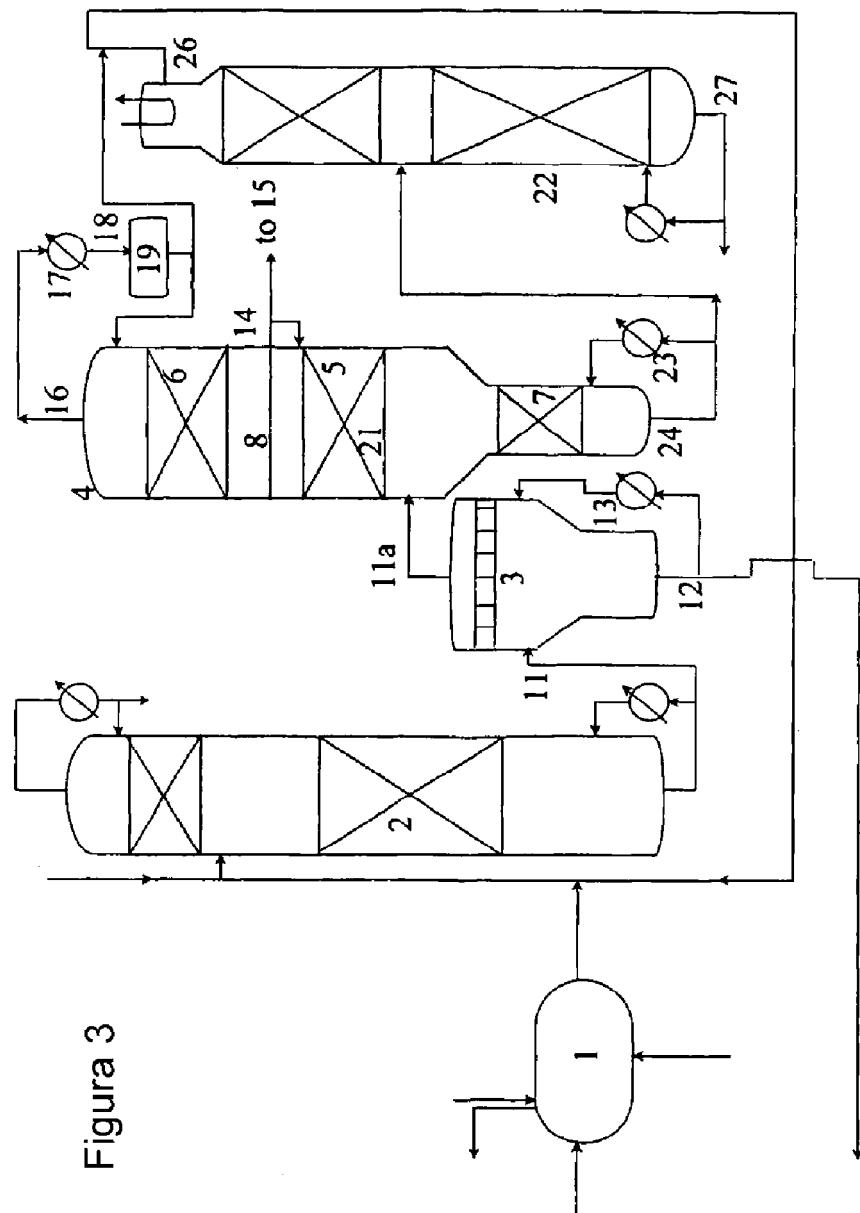


Figura 3