



(19)



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 280 081**

(51) Int. Cl.:

B01D 3/00 (2006.01)

B01J 8/02 (2006.01)

B01J 8/04 (2006.01)

(12)

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

(86) Número de solicitud europea: **96401533 .3**

(86) Fecha de presentación : **11.07.1996**

(87) Número de publicación de la solicitud: **0755706**

(87) Fecha de publicación de la solicitud: **29.01.1997**

(54) Título: **Un procedimiento y dispositivo de destilación reactiva con distribución particular de las fases líquida y vapor.**

(30) Prioridad: **24.07.1995 FR 95 09060**
27.12.1995 FR 95 15532

(45) Fecha de publicación de la mención BOPI:
01.09.2007

(45) Fecha de la publicación del folleto de la patente:
01.09.2007

(73) Titular/es: **Institut Français du Pétrole**
4, avenue de Bois Preau
92502 Rueil-Malmaison, FR

(72) Inventor/es: **Marion, Marie-Claire;**
Viltard, Jean-Charles;
Travers, Philippe;
Harter, Isabelle y
Forestiere, Alain

(74) Agente: **Ungría López, Javier**

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

Un procedimiento y dispositivo de destilación reactiva con distribución particular de las fases líquida y vapor.

5 La invención se refiere a un procedimiento de destilación reactiva (llamada también destilación catalítica), que permite realizar a la vez al menos una reacción química en presencia de catalizador y la separación por destilación de la mezcla de reacción obtenida. La invención se refiere también a un dispositivo de destilación reactiva.

10 El procedimiento y el dispositivo de la invención pueden aplicarse a diversas reacciones equilibradas, en fase líquida, para las cuales se puede separar el producto de reacción por destilación en las condiciones de temperatura y de presión a las cuales se realiza la reacción, y particularmente en la preparación de éteres alquílicos terciarios tales como el metiltertobutiléter (MTBE), el metiltertioamiléter (TAME), el etiltertobutiléter (ETBE), o también el etiltertioamiléter (TAEE), por reacción catalítica sobre la olefina apropiada (isobuteno o isopenteno) del alcohol apropiado (metanol o etanol, según el caso). En lo que respecta más particularmente a las reacciones de eterificación por destilación reactiva, diversos procedimientos han sido ya propuestos en la técnica anterior.

20 La patente US-A-4.847.430 describe un procedimiento de eterificación del cual una de las características es la disposición en el (los) lecho(s) catalítico(s) de pasos o chimeneas para el vapor de destilación ascendente, que permiten evitar los inconvenientes que proporcionaría el paso del indicado vapor por el seno del lecho catalítico.

25 La patente US-A-5.130.102 describe una columna de destilación reactiva que comprende una zona en la cual se realizan conjuntamente una reacción catalítica y la separación por destilación de los productos de la indicada reacción, comprendiendo esta zona al menos un "plato" de reacción que soporta un catalizador particular y al menos un plato de destilación, más particularmente del tipo plato de casquetes, estando el indicado plato de reacción "acoplado" con el indicado plato de destilación por medio de una masa líquida continua sumergiéndose en su zona inferior el indicado catalizador y en su zona superior el indicado plato de destilación. El plato de reacción comprende una chimenea (de hecho es la chimenea del casquete que ha sido extendida para tener en cuenta la presencia de la masa catalítica y su altura), destinada para llevar el vapor que sube de la zona situada por debajo del conjunto "acoplado" hacia un distribuidor de vapor situado por debajo del plato de destilación. La altura de la masa líquida entre el plato de reacción y el plato de destilación debe ser suficiente para evitar el arrastre de las partículas del catalizador. La fase líquida fluye de la parte superior del conjunto acoplado por rebose por encima de un desagüe y luego por mediación de una bajada bien sea hacia un plato de destilación clásico, o bien hacia otro conjunto "acoplado" situado por debajo del conjunto "acoplado" considerado. De igual modo, el plato de reacción de un conjunto "acoplado" es alimentado en fase líquida por una bajada procedente, por rebose por encima de un desagüe, bien sea de un plato de destilación clásico o de otro conjunto "acoplado", situado por encima del conjunto "acoplado" considerado.

40 La patente US-5.368.691 describe un procedimiento que utiliza una configuración tal que las zonas de reacción que alternan con zonas de destilación, están claramente separadas de estas últimas, es decir sin masa líquida continua entre una zona de reacción y la zona de destilación próxima. La indicada solicitud describe un procedimiento de destilación reactiva caracterizado porque:

se introducen los reactivos, generalmente por separado o en mezcla, puros o diluidos, en al menos un nivel de una columna de destilación reactiva que incluye:

- 45 (a) al menos una zona de reacción catalítica que incluye un lecho de catalizador apropiado; y
- (b) al menos una zona de destilación constituida por al menos un plato de destilación, estando cada zona de destilación separada de la (o de las) zona(s) catalítica(s) consecutiva(s);

50 se mantienen condiciones de destilación en la indicada columna con el fin de tener una fase líquida y una fase de vapor en la indicada columna;

se hace circular una parte, de preferencia la totalidad, de la fase líquida desde abajo a lo alto a través del catalizador en cada zona catalítica;

55 se hace circular una parte, de preferencia la totalidad, de la fase vapor de la destilación desde abajo a lo alto a través de cada zona de destilación, de tal forma que la indicada fase vapor se encuentre en contacto con la fase líquida en las zonas de destilación;

60 se recoge una parte, de preferencia la totalidad, del producto buscado en un extremo de la indicada columna de destilación reactiva; y

se recoge una parte, de preferencia la totalidad, del diluyente eventual de los reactivos y de cualquier exceso de reactivo(s) en el otro extremo de la indicada columna.

65 De forma preferida, se hace circular la totalidad de la fase de vapor de la destilación de forma que solo esté en contacto con la fase líquida en las zonas de destilación y no en las zonas catalíticas.

El procedimiento y el dispositivo según la invención, explicados a continuación, constituyen un perfeccionamiento del procedimiento y del dispositivo descritos en la patente US-A-5.368.691.

El procedimiento y dispositivo de la invención pueden aplicarse a diversas reacciones equilibradas, en fase líquida, para las cuales se puede separar el producto de reacción por destilación en las condiciones de temperatura y de presión a las cuales se realiza la reacción. Pueden aplicarse a las reacciones de alquilación de hidrocarburos aromáticos, generalmente el benceno, por reacción catalítica con la olefina apropiada, por ejemplo el etileno o el propileno, para formar el alquilbenceno correspondiente, por ejemplo el etilbenceno o el cumeno. Pero pueden también aplicarse por ejemplo a las reacciones de isomerización de parafinas, a las reacciones de isomerización de olefinas, o a la producción de buteno por hidro-isomerización de buteno-1 en buteno-2. Pueden aplicarse también en la reacción de hidrogenación del benceno y de las olefinas ligeras (que tienen 6 átomos de carbono como máximo en su molécula) en el reformado ligero, o en la reacción de hidrogenación de las diolefinas y/o de los compuestos acetilénicos en fracciones ligeras de las fracciones petroleras o petroquímicas. De forma preferida, se aplican a las reacciones de eterificación entre una isoolefina (por ejemplo el isobuteno y el isopenteno) y un monoalcohol alifático (tal como el metanol o el etanol), particularmente en la preparación de éteres alquílicos terciarios tales como el metiltertiobutiléter (MTBE), el metiltertioamiléter (TAME), el etiltertiobutiléter (ETBE), o también el etiltertioamiléter (TAEE), por reacción catalítica sobre la olefina apropiada (isobuteno o isopenteno) del alcohol apropiado (metanol o etanol, según el caso).

El procedimiento de destilación reactiva de la invención es tal que:

se introducen los reactivos eventualmente diluidos por un diluyente, pudiendo uno de los reactivos ser excedentario, en al menos un nivel de una zona de destilación reactiva que incluye:

- a) al menos una zona de reacción catalítica que incluye al menos un lecho catalítico que comprende el catalizador,
- b) al menos una zona de destilación situada por debajo de la zona catalítica precedente, o zona de destilación inferior,
- c) al menos otra zona de destilación situada por encima de la zona catalítica precedente, o zona de destilación superior.

se mantienen condiciones de destilación con el fin de tener una fase líquida y una fase vapor en la zona de destilación reactiva,

se hace circular la mayor parte, de preferencia la casi totalidad, del líquido desde abajo hacia lo alto a través del catalizador en la zona catalítica,

se hace circular la mayor parte del vapor desde abajo hacia lo alto en la zona catalítica, de tal forma que el indicado vapor no esté en contacto con el catalizador,

se recoge una parte, de preferencia la mayor parte, del producto de reacción buscado,

se recoge una parte, de preferencia la mayor parte, de un diluyente eventual y de los reactivos,

se recupera la mayor parte del líquido después de su paso por el lecho catalítico por al menos un medio de vertido del líquido, de forma que el líquido se vierta en la zona de destilación inferior,

y se recoge la mayor parte del líquido procedente de la zona de destilación superior,

caracterizándose el indicado procedimiento porque:

se recoge la mayor parte del líquido procedente de la zona de destilación superior por al menos un medio colector de forma que el líquido llegue a la zona central de la zona catalítica, por debajo de cada lecho catalítico de la zona catalítica, sin tener contacto con el catalizador,

se hace circular sustancialmente de forma radial la mayor parte del líquido por debajo de dicho lecho catalítico por al menos un medio de circulación sustancialmente radial con el fin de introducir en al menos una zona de reparto del líquido.

En el procedimiento según la invención, la zona de destilación reactiva consiste en una zona de reacción catalítica, una zona de destilación inferior que es la zona de agotamiento y una zona de destilación superior que es la zona de rectificación.

El medio colector puede ser tal que el líquido llegue prácticamente exento de vapor por debajo de dicho lecho catalítico, es decir que el indicado medio toma cualquier forma adecuada para realizar una alimentación de la zona de reparto por al menos un medio de circulación sustancialmente radial del líquido correcto, evitando en particular todo

ES 2 280 081 T3

gas arrastrado en el indicado líquido. Así, el líquido se reparte sin turbulencias excesivas en el medio de circulación sustancialmente radial y luego en la zona de reparto.

La zona de reparto del líquido, alimentada por al menos un medio de circulación sustancialmente radial, permite la regulación y la homogeneización del líquido antes de su entrada en cada lecho catalítico de la zona catalítica. Así una de las ventajas de la presente invención es mejorar la circulación del líquido en cada lecho catalítico de la zona catalítica. Como consecuencia, el procedimiento es tal que el líquido se extiende por toda la sección de la zona de destilación reactiva que le es accesible antes de entrar en el lecho catalítico, en al menos una zona de reparto del líquido.

De forma preferida, el líquido procedente de la zona de destilación superior que es recogido circula en su mayor parte por la zona central de la zona catalítica.

De forma preferida, el líquido que se vierte en la zona de destilación inferior pasa por al menos un medio de vertido en su mayor parte por la zona periférica de la zona catalítica.

Cuando la reacción utilizada comprende la presencia de al menos un reactivo gaseoso, el procedimiento según la invención puede comprender al menos una introducción de dicho reactivo gaseoso, de preferencia el hidrógeno, para cada lecho catalítico de la zona catalítica.

En un primer modo de realización preferido del procedimiento según la invención, el medio colector está situado en la zona central de la zona catalítica, el líquido procedente de la zona de destilación superior que es recogido circula en su mayor parte por la zona central de la zona catalítica, el líquido que se vierte en la zona de destilación inferior pasa en su mayor parte por la zona periférica de la zona catalítica, y el vapor procedente de la zona de destilación inferior y que circula por la zona catalítica pasa principalmente por la zona central de la zona catalítica. En este caso, de preferencia, el medio de circulación sustancialmente radial de cada lecho catalítico comprende al menos un brazo de distribución, de preferencia de 2 a 10 brazos de distribución, de forma aún más preferida de 2 a 8 brazos de distribución.

En el primer modo de realización preferido del procedimiento según la invención, el vapor procedente de la zona de destilación inferior, que circula por la zona central de la zona catalítica, pasa en su casi totalidad por la zona central de la zona catalítica. En el indicado modo, el medio de vertido del líquido está situado en la zona periférica de la zona catalítica y de preferencia el indicado medio es tal que no permite prácticamente el paso de la fase de vapor en sentido ascendente.

Además, de forma preferida, en el indicado modo de realización, el vapor procedente de la zona de destilación inferior y que circula por la zona central de la zona catalítica, no está prácticamente en contacto con líquido que circula por la zona central de la indicada zona catalítica.

En un segundo modo de realización preferido del procedimiento según la invención, el medio colector está situado en la zona central de la zona catalítica, el líquido procedente de la zona de destilación superior que es recogido circula en su mayor parte por la zona central de la zona catalítica, el líquido que se vierte en la zona de destilación inferior pasa en su mayor parte a la zona periférica de la zona catalítica, y el vapor procedente de la zona de destilación inferior y que circula por la zona catalítica pasa por la zona periférica de la zona catalítica. En tal caso, un primer modo de realización que es por consiguiente un tercer modo de realización preferido del procedimiento según la invención es tal que el vapor procedente de la zona de destilación inferior y que circula por la zona periférica de la zona catalítica está al menos en parte, de preferencia en su mayor parte, en contacto con el líquido que circula por el medio de vertido. Y un segundo modo de realización que es por consiguiente un cuarto modo de realización preferido del procedimiento según la invención es tal que el vapor procedente de la zona de destilación inferior y que circula por la zona periférica de la zona catalítica no tiene sustancialmente contacto con el líquido que circula por el medio de vertido.

Sea cual fuere el modo de realización del procedimiento según la invención, el medio de circulación sustancialmente radial puede comprender al menos un brazo de distribución, de preferencia de 2 a 10 brazos de distribución, de forma aún más preferida de 2 a 8 brazos de distribución.

Bien entendido, el vapor producido en la reacción catalítica en cada lecho catalítico de la zona catalítica se junta de nuevo por encima de dicho lecho catalítico el vapor procedente de la zona de destilación inferior que atraviesa el indicado lecho catalítico bajo contacto con el catalizador, sea cual fuere el modo de realización.

Cualquier otro modo de realización del procedimiento según la invención, que combine los diferentes modos de realización preferidos del procedimiento según la invención, se puede también considerar. Por ejemplo, es posible combinar los tercero y primer modos de realización preferidos descritos anteriormente, es decir que una parte del vapor procedente de la zona de destilación inferior pase por la zona periférica de la zona catalítica y que la otra parte del indicado vapor pase por la zona central de la zona catalítica.

La zona de destilación reactiva según la invención es al menos una columna catalítica. En los casos conocidos del experto en la materia donde la utilización de una sola columna plantea problemas, se prefiere generalmente escindir la indicada columna con el fin de utilizar finalmente al menos dos columnas que, puestas extremo con extremo, realizan la indicada columna, es decir que las zonas de rectificación, de destilación catalítica y de agotamiento se reparten en las

columnas. En la práctica, la zona de rectificación o la zona de agotamiento, y de preferencia la zona de agotamiento, puede generalmente encontrarse en al menos una columna diferente de la columna que comprende la zona catalítica.

La zona superior o zona de rectificación de la zona de destilación reactiva comprende generalmente bien sea al menos un plato distribuidor eventualmente situado por encima de una zona que comprende al menos un guarnecido que asegura la destilación, o al menos un plato de destilación, que puede ser convencional, así como cualquier combinación de guarnecido(s), de plato(s) distribuidor(es) y de plato(s) de destilación que aseguran la destilación según cualquier técnica conocida del experto en la materia.

De igual modo, la zona de agotamiento de la zona de destilación reactiva comprende generalmente bien sea al menos un plato distribuidor eventualmente situado por encima de una zona que comprende al menos un guarnecido que asegura la destilación, bien sea al menos un plato de destilación, que puede ser convencional, así como cualquier combinación de guarnecido(s), de plato(s) distribuidor(es) y de plato(s) de destilación que aseguran la destilación según cualquier técnica conocida del experto en la materia.

El cuerpo de guarnecido eventualmente utilizado en el procedimiento de la presente invención es elegido en función de la eficacia necesaria para la función de destilación. El cuerpo de guarnecido puede ser elegido entre los cuerpos de guarnecido bien conocidos del experto en la materia, tales como por ejemplo sólidos en forma de anillos, de extrusionados polilobulados o de residuos. A título de ejemplo no limitativo de cuerpos de guarnecido, se pueden citar los anillos de Raschig, los anillos de Pall, los anillos de Intos, los residuos de Bert, los residuos de Novalox y los residuos Intalox. Pero el cuerpo de guarnecido puede ser elegido entre los guarnecidos estructurados, por ejemplo de tipo FLEXIPAC (marca depositada) comercializados por la Sociedad Koch, o SULZER CHEMTECH o SULZER (marcas depositadas) comercializados por la Sociedad Sulzer.

El plato distribuidor eventualmente utilizado en el procedimiento de la presente invención es un simple plato que permite el paso ascendente del vapor y la recogida y luego el vertido de líquido, tal como cualquier plato distribuidor conocido del experto en la materia y muy particularmente si la zona de destilación a la cual pertenece comprende en su mayor parte guarnecidos.

En el caso en que se utilice, según el procedimiento de la presente invención un plato de destilación, este puede ser elegido entre los platos de destilación conocidos del experto en la materia, particularmente los platos perforados, los platos de casquete, los platos de chapaletas, y comprende:

al menos una mesa de trabajo discontinua, es decir provista de discontinuidades para el paso de la fase de vapor, estando cada mesa de trabajo destinada para el removido y para la mezcla de las corrientes líquida y de vapor,

al menos una bajada (o canal), de preferencia situada en el centro o en la periferia de cada plato de destilación, para el acondicionamiento del líquido y el control de la regularidad de su circulación (bajada a través de la cual fluirá el líquido que se encuentra antes sobre la mesa de trabajo de dicho plato), y

al menos un vertedor (o pequeño brocal) bordeando cada bajada, destinado para el mantenimiento de un cierto nivel de líquido en la mesa de trabajo de dicho plato y por consiguiente para el control de la regularidad de la evacuación del líquido de la indicada mesa de trabajo.

Según la presente invención, se puede por ejemplo considerar que toda zona de destilación situada entre dos lechos catalíticos comprenda un número impar de platos de destilación, de preferencia de doble paso (alternancia de plato(s) con medios de vertido en la parte central y de plato(s) con medio(s) de vertido en la parte periférica(s), así como es bien conocido del experto en la materia).

El catalizador a instalar en cada lecho catalítico de zona catalítica está generalmente constituido por partículas catalíticas. Puede acondicionarse bajo cualquier forma adecuada, particularmente en forma de partículas de forma sustancialmente cilíndrica o de forma sustancialmente esférica, estando las dimensiones de las indicadas partículas de catalizador generalmente comprendidas entre 0,1 y 20 mm. La naturaleza de dicho catalizador depende de la reacción considerada, así como es bien conocido del experto en la materia. En el caso de la síntesis del metiltertiobutiléter por ejemplo, se utiliza en general un catalizador del tipo de resina sulfónica, por ejemplo una resina de poliestireno-divinilbenceno sulfonada, cuya granulometría se encuentra generalmente comprendida entre 0,1 y 1,2 mm.

En cada lecho catalítico de la zona catalítica, el catalizador puede ser incluido en al menos una envuelta permeable al líquido pero impermeable a las partículas catalíticas (es decir que no deje pasar las indicadas partículas sólidas de catalizador), envuelta constituida por ejemplo por una tela de tejido, de material sintético (por ejemplo de polipropileno) o de tejido metálico.

El catalizador puede igualmente disponerse en desorden, es decir libremente, en el interior de cada lecho catalítico de la zona catalítica. En este caso, para mantener el catalizador en su lugar y para evitar que sea arrastrado por la corriente de líquido que lo atraviesa, se prevé generalmente que todo lecho catalítico comprendido en la zona catalítica descansen sobre cualquier dispositivo que permita el paso del líquido pero impermeable a las partículas catalíticas, tales como por ejemplo una rejilla de tipo Johnson o boquillas de tipo Johnson repartidas regularmente sobre una superficie impermeable a los flujos gaseoso, líquidos o sólidos. Ventajosamente, el indicado dispositivo está

ligeramente sobreelevado con relación a la llegada del (de los) medio(s) de circulación sustancialmente radial, sobre el fondo de la zona catalítica, con el fin de crear una zona de reparto situada en parte por debajo del lecho catalítico de la zona catalítica.

5 Es posible también prever la presencia de una rejilla superior por todo el lecho catalítico comprendido en la zona catalítica, impermeable al paso de las partículas catalíticas, permeable al líquido y al gas, con el fin de confinar las indicadas partículas en el mencionado lecho. Pero también puede considerarse, y esto es un modo de realización preferido de la invención, colocar cualquier dispositivo que permita el paso del líquido pero impermeable a las partículas catalíticas, a nivel del medio de vertido por el cual fluye el líquido después de su paso por la zona catalítica, tal como
10 una rejilla de tipo Johnson. De igual modo, también es posible prever la presencia de una rejilla superior en la parte alta del medio de circulación del vapor, impermeable a las partículas catalíticas y permeable al vapor ascendente que atraviesa el lecho catalítico prácticamente sin tener contacto con las indicadas partículas, con el fin de prevenir un arrastre eventual del catalizador en un funcionamiento anormal de la columna.

15 Cuando el catalizador está dispuesto en desorden, se puede prever utilizarlo en forma de lecho fijo, de lecho expandido o de lecho fluidizado. Cuando el catalizador esté dispuesto en desorden o incluido en al menos una cubierta, el porcentaje de vacío que se puede conferirle se encuentra comprendido generalmente entre el 30 y el 70%.

En el funcionamiento de la zona de destilación reactiva, en el procedimiento según la invención, en razón del
20 posible arrastre por el líquido de fragmentos de partículas catalíticas que constituyen el catalizador (o finos), puede resultar ventajoso prever recoger el líquido que fluye por ejemplo del lecho catalítico inferior de la zona catalítica situada lo más abajo en la zona catalítica, trasegar este líquido, filtrarlo en al menos un dispositivo de filtrado (situado generalmente en el exterior de la zona de destilación reactiva), y reintroducirlo en la zona catalítica entre la posición de donde ha sido trasegado y la zona de destilación inferior. El lecho catalítico inferior es el único lecho de la indicada
25 zona catalítica si esta solo comprende un único lecho catalítico, o bien el lecho catalítico situado más bajo de la zona catalítica si esta comprende al menos dos lechos catalíticos. Este filtrado permite eliminar todos los fragmentos eventuales de catalizador arrastrados por la fase líquida y, en particular, les impide llegar al fondo de la zona de destilación reactiva.

30 La carga del catalizador se realiza generalmente en la zona catalítica por cualquier medio conocido del experto en la materia, tal como un registro o cualquier medio de distribución cuya llegada está situada justo por encima de cada lecho catalítico, permitiendo una carga de preferencia estanca del catalizador (por ejemplo en medio orgánico). La descarga del catalizador se realiza generalmente por cualquier medio conocido del experto en la materia. Así la descarga del catalizador puede realizarse por aspiración, por ejemplo por un registro, o por un conducto de vaciado.

35 Los caminos seguidos de la fase líquida y de la fase de vapor en el interior de la zona de destilación reactiva, y en particular en el interior de la zona catalítica, son características de uno de los aspectos del procedimiento según la invención.

40 El dispositivo de destilación reactiva de la invención comprende:

a) al menos una zona de reacción catalítica que incluye al menos un lecho catalítico que comprende el catalizador,

45 b) al menos una zona de destilación situada por debajo de la zona catalítica precedente, o zona de destilación inferior,

c) al menos otra zona de destilación situada por encima de la zona catalítica precedente, o zona de destilación superior,

50 al menos un medio de circulación de la mayor parte, de preferencia la casi totalidad, del líquido desde la parte baja a la parte alta a través del catalizador de cada lecho catalítico,

55 al menos un medio de circulación del vapor desde la parte baja a la parte alta, de la zona catalítica de tal forma que el indicado vapor no esté en contacto con el catalizador,

al menos un medio de vertido del líquido que comprende al menos un conducto, de forma que el líquido, después de su paso por el lecho catalítico, se vierta en la zona de destilación inferior,

60 al menos un medio colector,

caracterizándose el indicado dispositivo porque:

65 el indicado al menos un medio colector está adaptado de forma que el líquido procedente de la zona de destilación superior llegue a la zona central de la zona catalítica, por debajo de cada lecho catalítico de la zona catalítica, comprendiendo el indicado medio colector en parte por encima de la zona catalítica una zona colectora y comprendiendo el indicado medio al menos un conducto que permita el paso del líquido de arriba a abajo de la zona catalítica sin tener contacto con el catalizador,

y porque comprende:

al menos un medio de circulación sustancialmente radial del líquido por debajo de cada lecho catalítico de la zona catalítica con el fin de introducirlo en al menos una zona de reparto del líquido.

En el dispositivo según la invención, la zona de destilación reactiva consiste en una zona de reacción catalítica, una zona de destilación inferior que es la zona de agotamiento y una zona de destilación superior que es la zona de rectificación.

La zona colectora del medio colector puede permitir la liberación del vapor, es decir que permite realizar, por el conducto de dicho medio y luego por al menos un medio de circulación sustancialmente radial del líquido, una alimentación de la zona de reparto correcta, evitando en particular cualquier gas arrastrado en el mencionado líquido. Así, el líquido se reparte sin turbulencias excesivas en el mencionado conducto y luego en el medio de circulación sustancialmente radial para por último juntarse en la zona de reparto.

La zona de reparto del líquido, alimentada por al menos un medio de circulación sustancialmente radial, permite la regulación y la homogeneización del líquido antes de su entrada en cada lecho catalítico de la zona catalítica. Así una de las ventajas de la presente invención es mejorar la circulación del líquido en cada lecho catalítico de la zona catalítica. Por consecuencia, el procedimiento es tal que el líquido se extiende por toda la sección de la zona de destilación reactiva que le es accesible antes de entrar en el lecho catalítico, en al menos una zona de reparto del líquido.

De forma preferida, el medio colector está situado en la zona central de la zona catalítica.

De forma preferida, el líquido que se vierte en la zona de destilación inferior pasa en su mayor parte por la zona periférica de la zona catalítica. Así, el medio de vertido comprende al menos un conducto, y cualquier conducto de dicho medio está situado en la zona periférica de la zona catalítica.

Cuando la reacción puesta en juego comprende la presencia de al menos un reactivo gaseoso, el dispositivo según la invención puede comprender al menos un medio de introducción de dicho reactivo gaseoso, de preferencia hidrógeno, para cada lecho catalítico de la zona catalítica.

En un primer modo de realización preferido del dispositivo según la invención, el medio colector está situado en la zona central de la zona catalítica, el medio de vertido está situado en la zona periférica de la zona catalítica, y el medio de circulación del vapor procedente de la zona de destilación inferior está situado en la zona central de la zona catalítica. De preferencia el medio de circulación del vapor procedente de la zona de destilación inferior comprende al menos un conducto, siendo cualquier conducto de dicho medio de circulación distinto de cualquier conducto del medio colector de líquido. En este caso, de preferencia, el medio de circulación sustancialmente radial es un dispositivo de tipo "araña" que incluye al menos un brazo de distribución, de preferencia de 2 a 10 brazos de distribución, de forma también más preferida de 2 a 8 brazos de distribución.

En el primer modo de realización preferido del dispositivo según la invención, de forma preferida, el dispositivo es tal que el medio de vertido del líquido es tal que no permite prácticamente el paso de la fase vapor en el sentido ascendente, es decir que cualquier conducto de dicho medio de vertido del líquido comprende al menos un medio que no permite prácticamente el paso de vapor en el sentido ascendente.

De forma preferida, en el indicado modo de realización, el medio de circulación de la fase de vapor procedente de la zona de destilación inferior comprende al menos un conducto, y cualquier conducto de dicho medio es distinto a la vez de cualquier conducto del medio colector y de cualquier conducto del medio de vertido.

En un segundo modo de realización preferido del dispositivo según la invención, el medio colector está situado en la zona central de la zona catalítica, el medio de vertido está situado en la zona periférica de la zona catalítica y el medio de circulación del vapor procedente de la zona de destilación inferior está situado en la zona periférica de la zona catalítica. Entonces, un primer modo de realización que es por consiguiente un tercer modo de realización preferido del dispositivo según la invención es tal que el vapor procedente de la zona de destilación inferior y que circula por la zona periférica de la zona catalítica está al menos en parte, de preferencia en su mayor parte, en contacto con el líquido que circula por el medio de vertido. Así, el medio de circulación del vapor comprende al menos un conducto, y al menos un conducto de dicho medio es también un conducto del medio de vertido del líquido, y de preferencia todo conducto de dicho medio es también conducto del medio de vertido del líquido. Y un segundo modo de realización que es por consiguiente un cuarto modo de realización preferido del dispositivo según la invención es tal que el vapor procedente de la zona de destilación inferior y que circula por la zona periférica de la catalítica no tiene sustancialmente contacto con el líquido que circula por el medio de vertido. Así, el medio de circulación del vapor comprende al menos un conducto, siendo cualquier conducto de dicho medio de circulación distinto de cualquier conducto del medio de vertido.

De forma preferida, sea cual fuere el modo de realización del dispositivo según la invención, el medio de circulación de líquido desde la parte baja a la parte alta a través del catalizador comprende al menos un medio de inyección de dicho líquido en cada lecho catalítico de la zona catalítica, que es de preferencia una boquilla. En tal caso, cuando

la reacción a promover es una reacción que comprende al menos una introducción de reactivo gaseoso que es hidrógeno, es decir que la reacción comprende una hidrogenación, es por consiguiente generalmente necesario añadir un dispositivo de introducción de hidrógeno, para cualquier lecho catalítico de la zona catalítica, por ejemplo según una de las tres técnicas descritas a continuación. Así, la zona catalítica comprende al menos un dispositivo de inyección de líquido y al menos un dispositivo de introducción de hidrógeno en todo el lecho catalítico de la zona catalítica. Según una primera técnica, el dispositivo de introducción de hidrógeno está situado delante del dispositivo de inyección de líquido, y por consiguiente delante del lecho catalítico. Según una segunda técnica, el dispositivo de introducción de hidrógeno está dispuesto a nivel del dispositivo de inyección de líquido, de tal forma que el hidrógeno sea introducido en el líquido antes del lecho catalítico. Según una tercera técnica, el dispositivo de introducción de hidrógeno está situado después del dispositivo de inyección de líquido, y por consiguiente en el seno del lecho catalítico, de preferencia no lejos de dicho dispositivo de inyección de líquido en el mencionado lecho catalítico. Los términos “antes” y “después” utilizados anteriormente se entienden con relación al sentido de circulación del líquido que atravesará el lecho catalítico.

Sea cual fuere el medio de realización del dispositivo según la invención, el medio de circulación sustancialmente radial puede comprender al menos un brazo de distribución, de preferencia de 2 a 10 brazos de distribución, de forma aún más preferida de 2 a 8 brazos de distribución.

Bien entendido, el vapor producido en la reacción catalítica en cada lecho catalítico de la zona catalítica se junta de nuevo por encima de dicho lecho catalítico el vapor procedente de la zona de destilación inferior que atraviesa el indicado lecho sin contacto con el catalizador, sea cual fuere el modo de realización.

Cualquier otro modo de realización del dispositivo según la invención, que combine los diferentes modos de realización preferidos del dispositivo según la invención, se puede también considerar. Por ejemplo es posible combinar el primero y el tercer modos de realización preferidos descritos anteriormente, es decir que una parte del vapor procedente de la zona de destilación inferior circula por al menos un conducto en la zona periférica de la zona catalítica y que la otra parte del indicado vapor circula por al menos un conducto en la zona central de la zona catalítica.

El dispositivo de destilación reactiva según la invención consiste en al menos una columna catalítica. En los casos conocidos del experto en la materia donde la utilización de una sola columna plantea problemas, se prefiere generalmente escindir la indicada columna con el fin de utilizar finalmente al menos dos columnas que, puestas extremo con extremo, realizan la indicada columna, es decir que las zonas de rectificación (o zona superior), de destilación catalítica y de agotamiento (o zona inferior) se reparten en las columnas. En la práctica, la zona de rectificación o la zona de agotamiento, y de preferencia la zona de agotamiento, puede encontrarse generalmente en al menos una columna diferente de la columna que comprende la zona catalítica.

La zona de rectificación del dispositivo según la invención comprende generalmente bien sea al menos un plato distribuidor eventualmente situado por encima de una zona que comprende al menos un guarnecido que asegura la destilación, bien sea al menos un plato de destilación, que puede ser convencional, así como cualquier combinación de guarnecido(s), de plato(s) distribuidor(es) y de plato(s) de destilación que aseguran la destilación según cualquier técnica conocida del experto en la materia.

De igual modo, la zona de agotamiento del dispositivo según la invención comprende generalmente bien sea al menos un plato distribuidor eventualmente situado por encima de una zona que comprende al menos un guarnecido que asegura la destilación, bien sea al menos un plato de destilación, que puede ser convencional, así como cualquier combinación de guarnecido(s), de plato(s) distribuidor(es) y de plato(s) de destilación que aseguran la destilación según cualquier técnica conocida del experto en la materia.

Las características del plato distribuidor, del cuerpo de guarnecido, del catalizador y de la carga y descarga del catalizador, para el dispositivo según la invención, son las mismas que las facilitadas anteriormente en el caso del procedimiento según la invención.

El dispositivo de destilación reactiva según la invención puede comprender al menos un medio de recogida de una parte del líquido que fluye por ejemplo del lecho catalítico inferior de la zona catalítica situada lo más baja en la zona catalítica sobre la zona de destilación inferior, al menos un medio de filtrado (situado generalmente en el exterior de la zona de destilación reactiva), que permite retener los fragmentos eventuales de las partículas catalíticas que constituyen el catalizador eventualmente arrastradas por la fase líquida, y al menos un medio de redistribución del líquido (sustancialmente exento de fragmentos de partículas catalíticas) en la zona catalítica, generalmente entre la posición de donde ha sido trasegado y la zona de destilación inferior.

Los encaminamientos de la fase líquida y de la fase vapor en el interior de la indicada zona de destilación reactiva, y en particular en el interior de la zona catalítica, son impuestos por los internos de la zona de destilación reactiva y son características de uno de los aspectos del dispositivo según la invención.

Por otro lado, en el caso de reacciones exotérmicas, por ejemplo para la síntesis de los éteres alquílicos terciarios, una de las ventajas del procedimiento y del dispositivo según la invención es que la circulación en corriente ascendente de la fase líquida a través de los lechos catalíticos permite además evacuar fácilmente la fase de vapor generada sobre el catalizador por el calor de reacción.

El procedimiento y el dispositivo de la invención se ilustran por las figuras adjuntas. La figura 1 ilustra bajo una forma esquemática la disposición general de la indicada zona; las figuras 2, 2A, 2B y 2C ilustran la configuración de zonas de destilación y de zonas catalíticas que componen al menos en parte la indicada zona, según el primer modo de realización preferido del dispositivo según la invención; las figuras 3, 4, 4A y 4C ilustran la configuración de zonas de destilación y de zonas catalíticas que componen al menos en parte la indicada zona, según el tercer modo de realización preferido del dispositivo según la invención; las figuras 5 y 5A ilustran la configuración de zonas de destilación y de zonas catalíticas que componen al menos en parte la indicada zona, según el cuarto modo de realización preferido del dispositivo según la invención. Los mismos números se utilizan para representar los órganos similares en todas las figuras.

La zona de destilación reactiva utilizada en el procedimiento de la invención que está representada en la figura 1 es una columna catalítica que comprende esencialmente tres zonas, a saber: una zona catalítica (C), en la cual progresan la destilación y la reacción química, una favoreciendo a la otra, una cima (S) (o zona de rectificación) y una base (B) (o zona de agotamiento).

La cima (S) está equipada con un conducto 1 para la evacuación de los vapores de los constituyentes más volátiles y de un conducto 2 para la introducción de un reflujo líquido constituido por una fracción de los indicados vapores condensados en el intercambiador Es.

La base (B) está equipada con un conducto 3 para la evacuación de los constituyentes menos volátiles en forma líquida y por un conducto 4 para la introducción del vapor de rehervido generado por vaporización parcial de al menos una parte de los indicados constituyentes en el intercambiador Eb. La misma está igualmente equipada con uno o varios conductos para la introducción eventual de la totalidad o parte de los reactivos.

La zona catalítica (C) recibe, de forma interna, una fase líquida generada por el reflujo introducido en la cima de la zona de destilación reactiva y una fase de vapor generada por el vapor de rehervido introducida en la base de la zona de destilación reactiva así como, de forma externa, en al menos una altura, un aporte eventual de al menos uno de los reactivos, puro o diluido por ejemplo de alcohol en el caso de la utilización del dispositivo en síntesis de éteres. En la figura 1, no se ha representado una introducción de este tipo.

Una disposición del lecho catalítico de la zona catalítica, asociada con dos zonas de destilación y que forman una de las características del dispositivo según la invención, se describe a continuación en relación con las figuras 2, 2A, 2B y 2C, que ilustran dos formas de realización en el caso del primer modo de realización preferido del dispositivo según la invención. La zona catalítica comprende un solo lecho catalítico 8 y está bordeada en su parte superior por un plato de destilación 5 y en su parte inferior por un plato de destilación 14. El plato 5 de destilación, que comprende un vertedor 7 central, que une el indicado plato con una bajada 6, está situado por encima del lecho catalítico y es bien sea el plato más bajo de la zona (S), o el único plato de la zona (S) si esta solo comprende un plato, bien sea el plato más bajo de una zona de destilación comprendida en la zona catalítica (C), o bien el único plato de la indicada zona comprendida en la zona (C) si esta solo comprende un plato. El plato 14 de destilación, que comprende un vertedor 12 central, que une el indicado plato con una bajada 13, está situado por debajo del lecho catalítico y es bien sea el plato más alto de la zona (B), o el único plato de la zona (B) si esta solo comprende un plato, o el plato más alto de una zona de destilación comprendida en la zona de destilación catalítica (C), o el único plato de la indicada zona comprendida en la zona (C) si esta comprende un solo plato.

El lecho catalítico 8 está adaptado para ser atravesado de abajo a arriba por la fase líquida sin ser atravesado por la fase vapor procedente de la zona de destilación.

El catalizador a instalar en el conjunto de lechos catalíticos 8 está acondicionado bajo cualquier forma adecuada, particularmente en forma de partículas catalíticas de forma sustancialmente cilíndrica o de forma sustancialmente esférica, estando las dimensiones de las partículas de catalizador comprendidas entre 0,1 y 20 mm. Para mantener el catalizador en su sitio y para evitar que sea arrastrado por la corriente de líquido que lo atraviesa, el lecho catalítico reposa sobre una rejilla inferior 15a. Ventajosamente, la rejilla inferior 15a está ligeramente sobreelevada con relación a la llegada de los medios de distribución de líquido 17, sobre el fondo (placa 15b) de la zona catalítica, con el fin de crear una zona de reparto de la fase líquida 23, en la cual llega la fase líquida procedente del medio de circulación sustancialmente radial del líquido por debajo de la zona catalítica, antes de que la fase líquida circule por el lecho catalítico.

También es posible prever la presencia de una rejilla superior 16a impermeable al paso de las partículas catalíticas, con el fin de confinar las indicadas partículas en el lecho catalítico. De forma alternativa, es posible prever cualquier medio tales como los medios 16b ó 16c, ilustrados a continuación en la figura 2, con el fin de evitar que el catalizador no rebose el lecho catalítico en el funcionamiento. También es posible combinar medios tales como los de las referencias 16a, 16b o 16c ilustrados en la figura 2.

Más particularmente, el caso del primer modo de realización preferido del dispositivo según la invención está representado en las figuras 2, 2A, 2B y 2C, las figuras 2B y 2C representan cada una una posibilidad de sección de la figura 2 según el eje BB, y la figura 2A que representa una sección de la figura 2 según el eje AA. El lecho catalítico 8 recibe la fase líquida que fluye del plato de destilación 5 por rebose por encima del desagüe central 7 y por la bajada 6. La alimentación del lecho catalítico con líquido de destilación es una de las características de la presente invención.

ES 2 280 081 T3

Se realiza por mediación de un medio de circulación sustancialmente radial 20 del líquido que comprende ocho brazos de alimentación 17, que permite el paso ascendente de la fase vapor en el conducto 21 de la zona de destilación inferior a la zona de destilación superior sin contacto con el líquido. La figura 2A permite comprender una estructura particular posible de dicho medio 20 que comprende los brazos de distribución 17, explicándose las referencias 18 y 19 a continuación.

A través del lecho catalítico 8, la fase líquida se desplaza desde abajo a arriba y se vierte sobre el plato de destilación 14 por rebose por encima del desagüe 9 y circulación por la bajada 19. Es posible en el marco de la presente invención poner, por encima del desagüe 9, cualquier medio tal como el medio 16b ilustrado en la figura 2, permeable al líquido e impermeable a las partículas catalíticas, por ejemplo una rejilla de tipo Jonson. El plato 14 presenta una bajada central 13 y un desagüe 12. De preferencia, como se ha representado en las figuras 2 y 2A, la bajada 19 es tal que comprende un medio 18 que no permite prácticamente el paso de fase de vapor en el sentido ascendente en la indicada bajada 19. En este caso, el plato 14 no comprende evidentemente medio de contacto líquido-vapor, susceptible de generar vapor de destilación, por debajo de la indicada bajada 19.

Por otra parte, la fase vapor generada por la zona de destilación inferior circula en el sentido ascendente por la zona central de la zona catalítica por el conducto 21, siendo su paso hacia el conducto 21 posible gracias a la estructura del medio de distribución 20 (ver en particular las figuras 2A, 2B y 2C). Es posible en el marco de la presente invención dar salida al conducto 21, situándose la indicada salida por encima del lecho catalítico, cualquier medio tal como el medio 16c, ilustrado en la figura 2, permeable al vapor e impermeable a las partículas catalíticas, por ejemplo una rejilla de tipo Johnson.

La carga del catalizador se realiza generalmente en la zona de destilación reactiva por cualquier medio conocido del experto en la materia, tal como el registro 24 ilustrado en la figura 2. En cuanto a la descarga, varias configuraciones son posibles en el marco del primer modo de realización preferido del dispositivo según la invención, entre las cuales dos posibilidades han sido ilustradas más particularmente en las figuras 2B y 2C que presentan las dos una posibilidad de sección de la figura 2 según el eje BB. Así la descarga del catalizador puede realizarse por aspiración, por ejemplo por el registro 24 cuando la configuración es la de la figura 2B, o por un conducto de vaciado 22 especialmente previsto a este efecto cuando la configuración es la de la figura 2C.

El procedimiento y el dispositivo de la invención presentan particularmente la ventaja de controlar la circulación de líquido en el interior de las zonas catalíticas. En particular, se prefiere en el marco de la presente invención que toda sección de zona catalítica sea tal que el líquido que circula en el lecho catalítico a nivel de la indicada sección pueda repartirse libremente en el indicado nivel, es decir que todas las partículas catalíticas que constituyen el catalizador se encuentren en contacto a la altura de una misma sección. Además, la existencia de una zona de reparto 23 (figura 2) permite mejorar particularmente el riego del lecho catalítico. Además, la utilización de una corriente ascendente de fase líquida a través de los lechos de catalizador lleva una expansión y una cierta movilidad de estos lechos, lo cual permite evitar el atascamiento de los lechos catalíticos. Por último, la bajada 6 del líquido se optimiza con el fin de permitir una llegada homogénea del líquido descendente antes de su distribución por el medio 20.

Las figuras 3, 4, 4A, y 4B permiten ilustrar dos formas de realización en el caso del tercer modo de realización preferido del dispositivo según la invención. Las referencias de la figura 2 se aplican a las figuras 3 y 4, pero en este caso el vapor circula en su mayor parte por la zona periférica, subiendo por la bajada 25 por la cual fluye el líquido que ha pasado a través del lecho catalítico 8, por desbordamiento por la parte superior del vertedor 9. En este caso, el medio 20a de circulación sustancialmente radial del líquido toma una forma sustancialmente diferente del medio 20 ilustrado en la figura 2. Para la figura 4, comprende esencialmente el tubo 37 y está asociado con la forma cilíndrica 38 y con una placa 15b que mantiene el catalizador, con el fin de crear la zona de reparto 23. Contrariamente al caso de la figura 2, la placa 15b ha sido omitida, estando el fondo de la zona catalítica constituido por la placa 26. Pero esto solo es una posibilidad. Entre otras posibilidades, el dispositivo (representado en la figura 3) está compuesto por el medio 20 de la figura 2 con brazos de alimentación 17 asociado con una placa 26.

Las figuras 4A y 4B presentan dos posibilidades de sección de la figura 4 según el eje AA. La descarga del catalizador puede realizarse por aspiración, por ejemplo por el registro 24 cuando la configuración es la de la figura 4A, o por un conducto de vaciado 22 cuando la configuración es la de la figura 4B.

Las figuras 5 y 5A permiten ilustrar una forma de realización en el caso del cuarto modo de realización preferido del dispositivo según la invención. Las referencias de la figura 2 se aplican en la figura 5, como se ha explicado anteriormente, pero en este caso el vapor circula en su mayor parte por la zona periférica, subiendo por dos espacios 36 mientras que el líquido que ha pasado a través del lecho catalítico 8 se vierte por encima de los dos vertedores 9 por dos bajadas 27. En este caso, el medio de circulación sustancialmente radial del líquido 20a es sustancialmente el mismo que el descrito anteriormente en el caso del tercer modo de realización preferido del dispositivo según la invención ilustrado por la figura 3. La figura 5A presenta una sección de la figura 5 según el eje AA. La descarga del catalizador se realiza por un conducto de vaciado 22. Desde luego, en este caso, el dispositivo está provisto de cualquier medio adecuado para impedir sustancialmente totalmente la subida de vapor por las bajadas de líquido 27, y para impedir el rebose de una parte del líquido que ha atravesado el lecho catalítico 8 en los espacios 36.

Como se ha expuesto anteriormente, el procedimiento y el dispositivo de la invención pueden aplicarse a diversas reacciones equilibradas, en fase líquida, para las cuales se puede separar el producto de reacción por destilación en

ES 2 280 081 T3

las condiciones de temperatura y de presión a las cuales se realiza la reacción, y particularmente las reacciones de alquilación de hidrocarburos aromáticos con la olefina apropiada, las reacciones de isomerización de parafinas, las reacciones de isomerización de olefinas o la producción de butano-2 por hidroisomerización. De forma preferida, se aplican más particularmente a las reacciones de eterificación entre una isoolefina (por ejemplo el isobuteno o el isopenteno) y un monoalcohol alifático (por ejemplo el metanol o el etanol) para formar los éteres correspondientes. Las condiciones de realización de estas reacciones son bien conocidas del experto en la materia. Sin embargo a título indicativo se dan a continuación las condiciones de síntesis del metilertiobutiléter.

Las condiciones habitualmente utilizadas son generalmente una presión comprendida entre 0,4 y 1,6 MPa, una temperatura de fondo de zona de destilación reactiva, en función de la presión elegida, comprendida entre 110 y 170°C y una temperatura de cabeza de zona de destilación reactiva, función de la presión elegida, comprendida entre 40 y 90°C. Se mantiene en general un porcentaje de reflujo con relación al destilado comprendido entre 0,5:1 y 5:1. Por este procedimiento es posible convertir la casi totalidad del isobuteno y obtener MTBE con una pureza elevada, en general de al menos un 98% en moles. La carga que contiene isobuteno está en general constituida por una fracción C₄ (carga hidrocarbonada que comprende en su mayor parte compuestos que tiene 4 átomos de carbono por molécula), procedentes particularmente de una unidad de vapocraqueo, de un craqueo catalítico o de la deshidrogenación del isobutano. En una primera zona de reacción, la misma se pone en contacto con metanol, en condiciones de reacción bien conocidas del experto en la materia. Esta reacción, equilibrada, permite convertir una parte del isobuteno (en general del 70 al 90%) en MTBE. Es la mezcla procedente de esta primera zona la que se trata seguidamente según el procedimiento de destilación reactiva de la invención o en el dispositivo de destilación reactiva según la invención. La carga que contiene isobuteno y metanol no convertidos se introduce generalmente justo por debajo de la zona catalítica. Un aporte de metanol se introduce generalmente justo por encima de la indicada zona. Se puede igualmente prever una introducción de este aporte en varios puntos repartidos a lo largo de la zona catalítica. El catalizador se coloca en las zonas catalíticas de la zona de destilación reactiva como se ha descrito más adelante.

Los ejemplos siguientes ilustran la invención.

Ejemplo 1

En este ejemplo, realizado según el primer modo de realización preferido del procedimiento de la invención se trata una carga procedente de una primera sección de reacción de eterificación donde el isobuteno ha sido convertido al 88%. La composición de la alimentación de la columna de destilación reactiva, según la invención, se facilita en la tercera columna de la tabla 1. La misma tiene en cuenta un aporte de alcohol suplementario proporcionado a la columna, que representa el 0,5 por ciento en peso.

TABLA 1

	Carga unidad	Carga columna catalítica	Fondo de columna (% en peso)	Cabeza de columna (% en peso)
Isobuteno	22,5	2,70	<0,002	0,62
n-butano	7,0	7,0	<0,01	10,64
Butenos	39,0	39,0	<0,01	59,28
Isobutano	18,0	18,0	<0,01	27,36
Metanol	13,5	2,69 **	-	2,10
MTBE		31,11	99,2	<0,02
Total (g)	100	100,5		
Conversión de isobuteno		88%		98,2%
** un aporte suplementario de metano (0,5 por 100) es proporcionado a la columna				

Se utiliza una columna con una altura de 350 cm y un diámetro de 5 cm. La misma presenta una zona superior (zona de rectificación) equipada con 8 platos de destilación de tipo de doble paso y una zona inferior (zona de agotamiento) equipada con 15 platos de destilación de tipo de doble paso. La zona catalítica está constituida por una alternancia de zona de destilación y de zona de reacción, según el primer modo de realización preferido del dispositivo de la

ES 2 280 081 T3

invención. (Ver figuras 2, 2A, 2B y 2C). En esta zona catalítica, existen cinco lechos catalíticos, que contienen cada uno 6 cm³ de catalizador (resina sulfónica, vendida por Rohm & Haas) bajo la marca depositada Amberlyst 15), separados unos de los otros por tres platos de destilación de tipo de doble paso.

La columna se opera bajo una presión relativa de 0,7 MPa, con un porcentaje de reflujo de 1:1.

La carga se alimenta a nivel del vigésimo sexto plato (contado de arriba abajo). El aporte de metanol se inyecta sobre el plato justo por encima del primer lecho catalítico (es decir sobre el plato 8). Después de la puesta en régimen, se establece en la columna un perfil de temperatura que va de 62°C en la cabeza a 139°C de fondo.

Para una alimentación de la columna de 1800 g/h (más de 9 g/h de metanol), se saca en cabeza un destilado que tiene la composición dada en la tabla 2 con un caudal de 1183 g/h. Se saca del fondo 623 g/h un producto MTBE con una pureza superior al 99%. La conversión del isobuteno en la columna se eleva al 85%.

Ejemplo 2

En este ejemplo, realizado según el tercer modo de realización preferido del procedimiento de la invención, se trata una carga procedente de una primera sección de reacción de eterificación donde el isobuteno ha sido convertido al 88%. La composición de la alimentación de la columna de destilación catalítica, según la invención, se facilita en la tercera columna de la tabla 2. La misma tiene en cuenta un aporte de alcohol suplementario proporcionada en la columna, que representa un 0,5 por ciento en peso.

TABLA 2

	Carga unidad	Carga columna catalítica	Fondo de columna (% en peso)	Cabeza de columna (% en peso)
Isobuteno	22,5	2,70	<0,002	0,66
n-butano	7,0	7,0	<0,01	10,63
Butenos	39,0	39,0	<0,01	59,24
Isobutano	18,0	18,0	<0,01	27,34
Metanol	13,5	2,69**	-	2,12
MTBE		31,11	99,2	<0,02
Total (g)	100	100,5		
Cv. del isobuteno		88%		98,1%
** un aporte suplementario de metanol (0,5 por 100) es proporcionada a la columna.				

Se utilizó una columna con una altura de 350 cm y 5 cm de diámetro. La misma presenta una zona superior (zona de rectificación) equipada de guarnecido Sulzer y una zona inferior (zona de agotamiento) equipada igualmente de guarnecido Sulzer. La zona catalítica está constituida por una alternancia de zona de destilación y de zona de reacción, según el tercer modo de realización preferido del dispositivo de la invención. (ver figuras 4 y 4A). En esta zona catalítica, existen cinco lechos catalíticos, conteniendo cada uno 6 cm³ de catalizador (resina sulfónica, vendida por Rohm & Haas bajo la marca depositada Amberlyst 15), separados unos de los otros por tres platos de destilación de tipo de doble paso.

La columna se preparó bajo una presión relativa de 0,7 MPa, con un porcentaje de reflujo de 1:1.

La carga fue alimentada a la altura del vigésimo sexto plato (contado de arriba a abajo). El aporte de metanol se inyectó sobre el plato justo por encima del primer lecho catalítico (es decir el plato 8). Después de la puesta en régimen, se establece en la columna un perfil de temperatura que va de 62°C en cabeza a 139°C en el fondo.

Para una alimentación de la columna de 1800 g/h (más 9 g/h de metanol), se saca en cabeza un destilado que tiene la composición dada en la tabla 1 con un caudal de 1182 g/h. Se sacan del fondo 622 g/h de un producto MTBE con una pureza superior al 99%. La conversión del isobuteno en la columna se eleva al 84%.

ES 2 280 081 T3

Ejemplo 3

En este ejemplo, realizado según el cuarto modo de realización preferido del procedimiento según la invención se trató una carga procedente de una primera sección de reacción de eterificación donde el isobuteno ha sido convertido al 88%. La composición de la alimentación de la columna de destilación catalítica, según la invención, se facilita en la tercera columna de la tabla 3. La misma tiene en cuenta un aporte de alcohol suplementario proporcionado a la columna, que representa un 0,5 por 100 en peso.

TABLA 3

	Carga unidad	Carga columna catalítica	Fondo de columna (% en peso)	Cabeza de columna (% en peso)
Isobuteno	22,5	2,70	<0,002	0,57
n-butano	7,0	7,0	<0,01	10,65
Butenos	39,0	39,0	<0,01	59,32
Isobutano	18,0	18,0	<0,01	27,38
Metanol	13,5	2,69**	-	2,08
MTBE		31,11	99,1	<0,02
Total (g)	100	100,5		
Cv del isobuteno		88%		98,3%
** un aporte suplementario de metanol (0,5 por 100) es proporcionado a la columna.				

Se utilizó una columna con una altura de 350 cm y un diámetro de 5 cm. La misma presenta una zona superior (zona de rectificación) equipada con guarnecido Sulzer y una zona inferior (zona de agotamiento) equipada igualmente con guarnecido Sulzer. La zona catalítica está constituida por una alternancia de zona de destilación y de zona de reacción, según el cuarto modo de realización del dispositivo de la invención. (ver figuras 5 y 5A). En esta zona catalítica, existen cinco lechos catalíticos, conteniendo cada uno 6 cm³ de catalizador (resina sulfónica, vendida por Rohm & Haas bajo la marca depositada Amberlyst 15), separados unos de los otros por tres platos de destilación del tipo de doble paso.

La columna se preparó bajo una presión relativa de 0,7 MPa, con un porcentaje de reflujo de 1:1.

La carga se alimentó a la altura del vigésimo sexto plato (contado de arriba a abajo). El aporte de metanol se inyectó sobre el plato justo situado por encima del primer lecho catalítico (es decir el plato 8). Después de la puesta en régimen, se estableció en la columna un perfil de temperatura que va de 62°C en cabeza a 139°C en el fondo.

Para una alimentación de la columna de 1800 g/h (más de 9 g/h de metanol), se saca de cabeza un destilado que tiene la composición dada en la tabla 3 con un caudal de 1183 g/h. Se saca del fondo 623 g/h de un producto MTBE con una pureza superior al 99%. La conversión del isobuteno en la columna se eleva al 86%.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento de destilación reactiva tal que:

se introducen reactivos, solos o diluidos, pudiendo uno de los reactivos ser excedentario, en al menos un nivel de una zona de destilación reactiva que incluye:

- a) al menos una zona de reacción catalítica que incluye al menos un lecho catalítico que comprende el catalizador,
- b) al menos una zona de destilación situada por debajo de la zona catalítica precedente, o zona redestilación inferior,
- c) al menos otra zona redestilación situada por encima de la zona catalítica precedente, o zona de destilación superior,

se mantienen condiciones de destilación con el fin de tener una fase líquida y una fase vapor en la zona de destilación reactiva,

se hace circular la mayor parte del líquido desde abajo hacia lo alto a través del catalizador en la zona catalítica,

se hace circular la mayor parte del vapor desde abajo hacia lo alto en la zona catalítica, de tal manera que el indicado vapor no esté en contacto con el catalizador,

se recoge una parte del producto de reacción buscado,

se recoge una parte de un diluyente eventual y reactivos,

se recupera la mayor parte del líquido después de su paso por el lecho catalítico por al menos un medio de vertido del líquido, de forma que el líquido se vierta en la zona de destilación inferior,

y se recoge la mayor parte del líquido procedente de la zona de destilación superior,

caracterizándose el indicado procedimiento porque:

se recoge la mayor parte del líquido procedente de la zona de destilación superior por al menos un medio colector de forma que el líquido llegue a la zona central de la zona catalítica, por debajo de cada lecho catalítico de la zona catalítica, sin tener contacto con el catalizador,

se hace circular sustancialmente de forma radial la mayor parte del líquido por debajo de dicho lecho catalítico por al menos un medio de circulación sustancialmente radial con el fin de introducirlo en al menos una zona de reparto del líquido.

2. Procedimiento según la reivindicación 1, que comprende al menos la introducción de un reactivo gaseoso por cada lecho catalítico de la zona catalítica.

3. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 y 2, tal que el líquido que se vierte en la zona de destilación inferior por al menos un medio de vertido pasa en su mayor parte por la zona periférica de la zona catalítica.

4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3 tal que el líquido procedente de la zona de destilación superior que se recoge circula por la zona central de la zona catalítica, el líquido que se vierte en la zona de destilación inferior pasa en su mayor parte a la zona periférica de la zona catalítica, y el vapor procedente de la zona de destilación inferior y que circula por la zona catalítica circula por la zona central de la zona catalítica.

5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, tal que el líquido procedente de la zona de destilación superior que se recoge circula por la zona central de la zona catalítica, el líquido que se vierte en la zona de destilación inferior pasa en su mayor parte por la zona periférica de la zona catalítica y el vapor procedente de la zona de destilación inferior y que circula por la zona catalítica circula por la zona periférica de la zona catalítica.

6. Procedimiento según la reivindicación 5 tal que el vapor procedente de la zona de destilación inferior y que circula por la zona periférica de la zona catalítica no tiene contacto con el líquido que circula por el medio de vertido.

7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6 tal que el medio de circulación radial comprende al menos un brazo de distribución.

8. Dispositivo de destilación reactiva que comprende:

- a) al menos una zona de reacción catalítica que incluye al menos un lecho catalítico que comprende el catalizador,
- b) al menos una zona de destilación situada por debajo de la zona catalítica precedente, o zona de destilación inferior,
- c) al menos otra zona de destilación situada por encima de la zona catalítica precedente, o zona de destilación superior,

al menos un medio de circulación de la mayor parte del líquido, desde la parte baja a la parte alta a través del catalizador de cada lecho catalítico,

al menos un medio de circulación del vapor desde la parte baja a la parte alta, de la zona catalítica de tal forma que el indicado vapor no esté en contacto con el catalizador,

al menos un medio de vertido del líquido que comprende al menos un conducto, de forma que el líquido, después de su paso por el lecho catalítico, se vierta en la zona de destilación inferior,

al menos un medio colector,

caracterizándose el indicado dispositivo porque:

el indicado al menos un medio colector está adaptado de forma que el líquido procedente de la zona de destilación superior llegue a la zona central de la zona catalítica, por debajo de cada lecho catalítico de la zona catalítica, comprendiendo el indicado medio colector en parte por encima de la zona catalítica una zona colectora y comprendiendo el indicado medio al menos un conducto que permita el paso del líquido de arriba a abajo de la zona catalítica sin tener contacto con el catalizador,

y porque comprende:

al menos un medio de circulación sustancialmente radial del líquido por debajo de cada lecho de la zona catalítica con el fin de introducirlo en al menos una zona de reparto del líquido.

9. Dispositivo según la reivindicación 8, tal que la zona colectora del medio colector permite la liberación del vapor.

10. Dispositivo según una de las reivindicaciones 8 ó 9 que comprende al menos un medio de introducción de un reactivo gaseoso para cada lecho catalítico de la zona catalítica.

11. Dispositivo según una de las reivindicaciones 8 a 10 tal que el medio de vertido del líquido que se vierte en la zona de destilación inferior está situado en la zona periférica de la zona catalítica.

12. Dispositivo según una de las reivindicaciones 8 a 11, tal que el medio colector está situado en la zona central de la zona catalítica, el medio de vertido está situado en la zona periférica de la zona catalítica, y el medio de circulación del vapor procedente de la zona de destilación inferior está situado en la zona central de la zona catalítica.

13. Dispositivo según una de las reivindicaciones 8 a 12, tal que el medio colector está situado en la zona central de la zona catalítica, el medio de vertido está situado en la zona periférica de la zona catalítica, y el medio de circulación del vapor procedente de la zona de destilación inferior está situado en la zona periférica de la zona catalítica.

14. Dispositivo según la reivindicación 13 tal que el medio de circulación del vapor procedente de la zona de destilación inferior comprende al menos un conducto, siendo cualquier conducto de dicho medio de circulación distinto de cualquier conducto del medio de vertido del líquido.

15. Dispositivo según una de las reivindicaciones 8 a 14 tal que el medio de circulación de líquido de abajo a arriba a través del catalizador comprende al menos un medio de inyección de dicho líquido en cada lecho catalítico de la zona catalítica.

16. Dispositivo según la reivindicación 15, tal que cualquier lecho catalítico de la zona catalítica comprende al menos un dispositivo de introducción de hidrógeno.

17. Dispositivo según la reivindicación 16, tal que el dispositivo de introducción del hidrógeno está dispuesto antes del dispositivo de inyección de líquido.

18. Dispositivo según la reivindicación 16 tal que el dispositivo de introducción del hidrógeno está dispuesto a nivel del dispositivo de inyección de líquido.

ES 2 280 081 T3

19. Dispositivo según la reivindicación 16, tal que el dispositivo de introducción de hidrógeno está dispuesto después del dispositivo de inyección de líquido.

20. Dispositivo según una de las reivindicaciones 8 a 19 tal que el medio de circulación sustancialmente radial
5 comprende al menos un brazo de distribución.

10

15

20

25

30

35

40

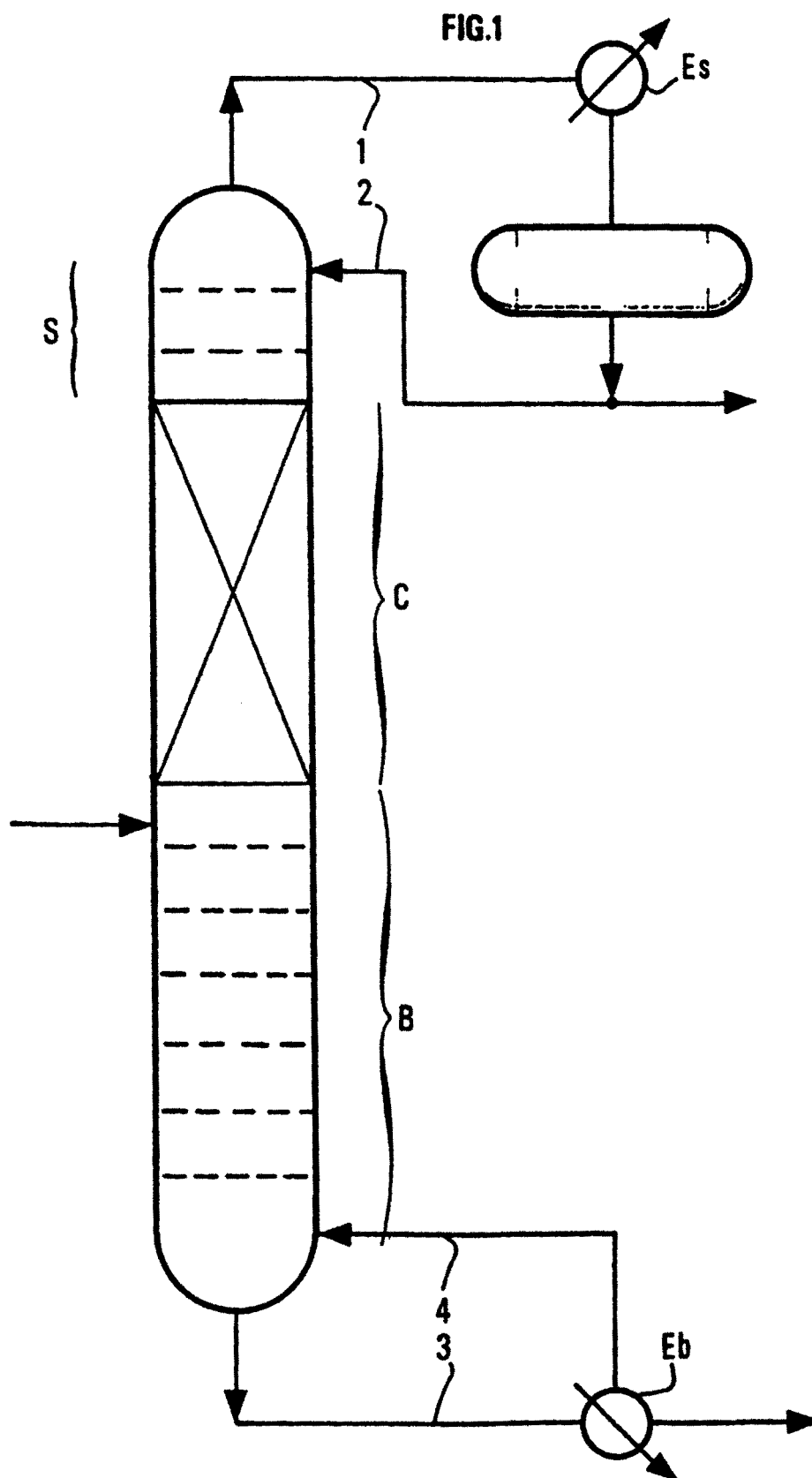
45

50

55

60

65



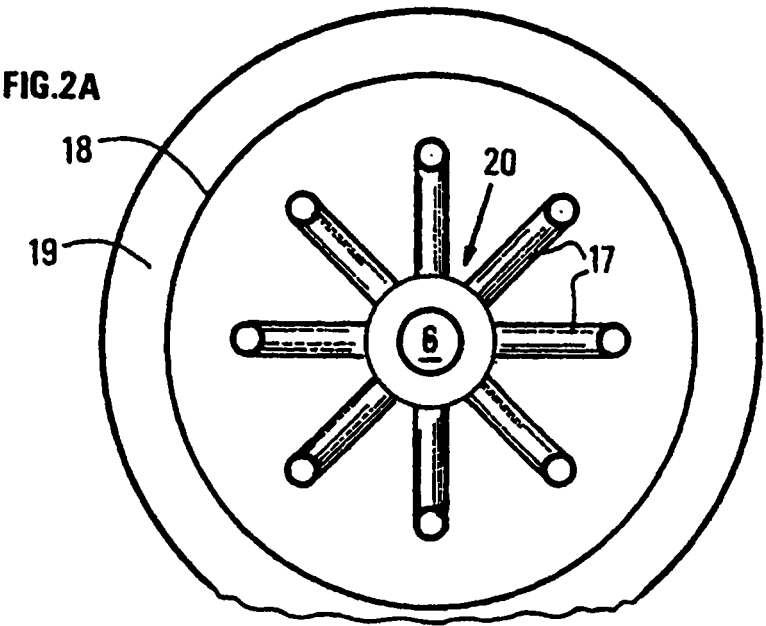
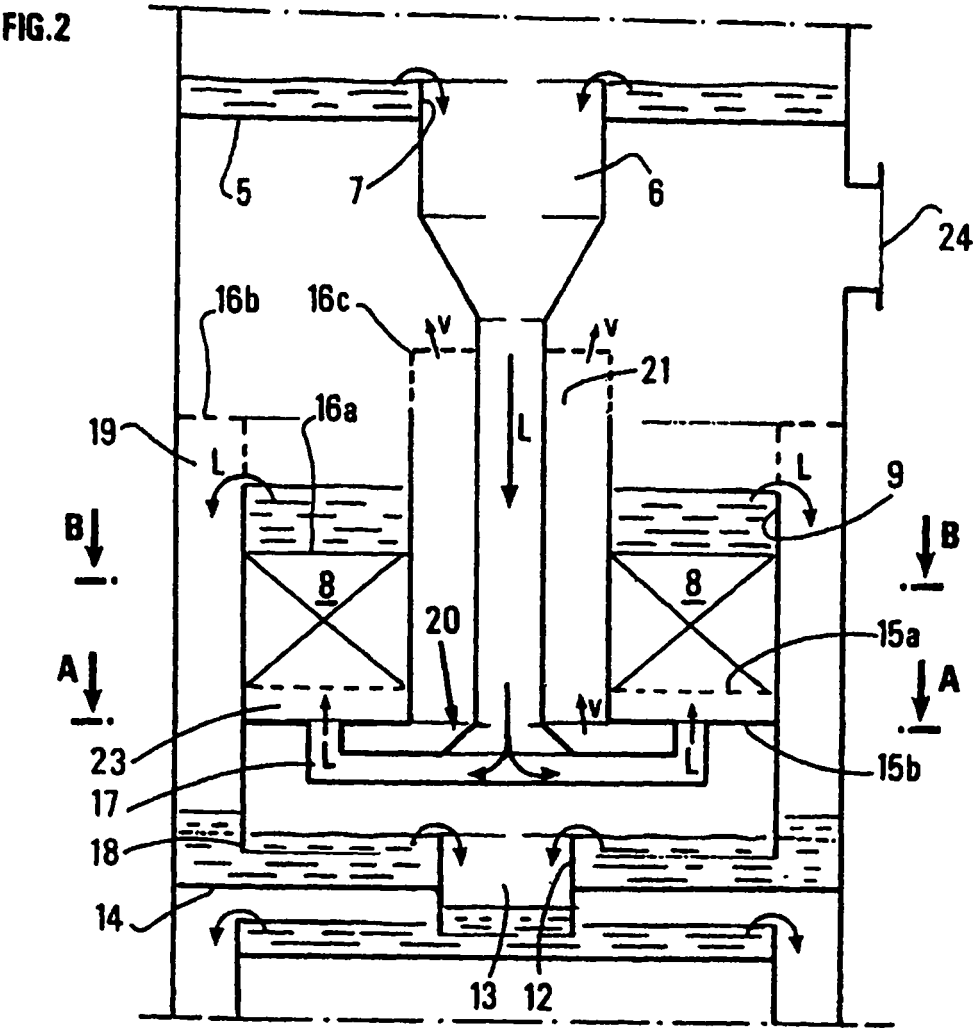


FIG.2B

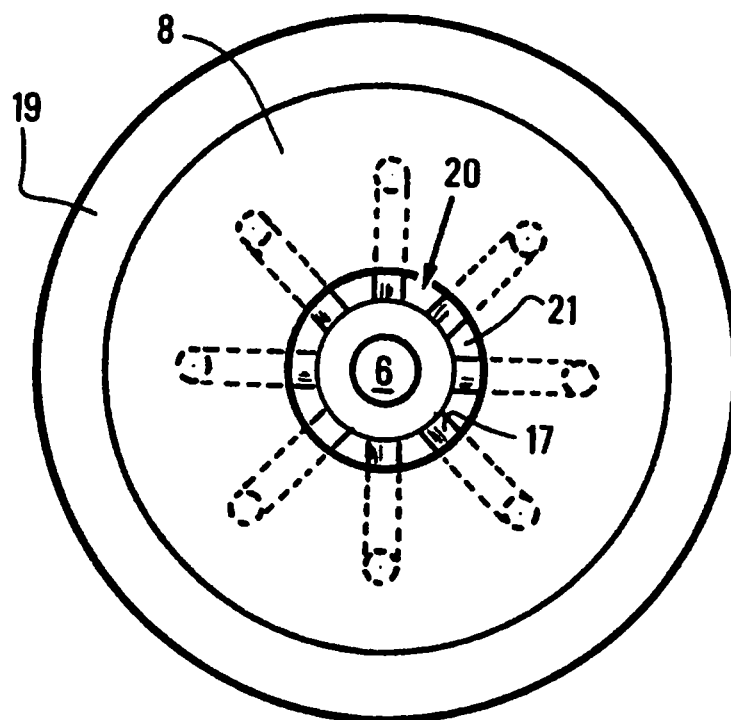


FIG.2C

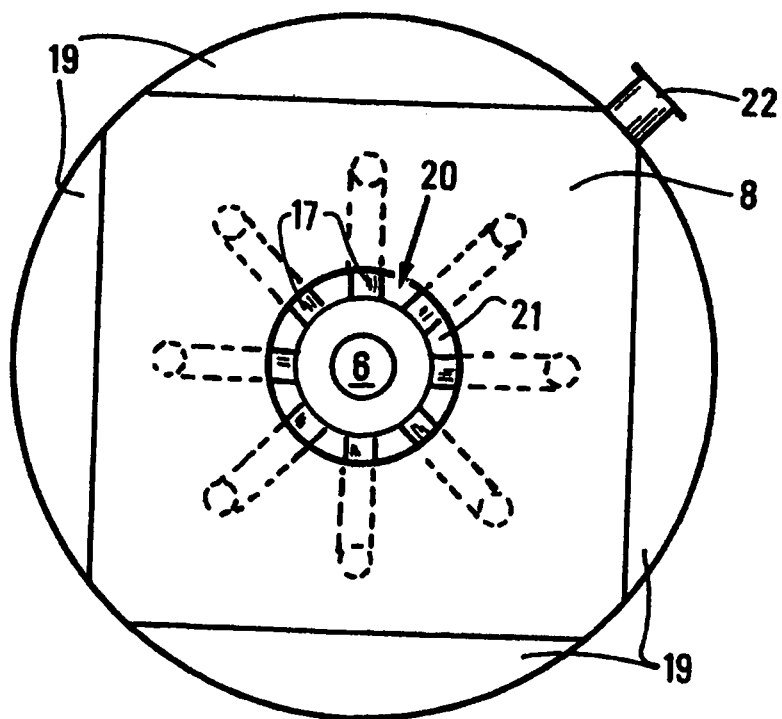


FIG.4

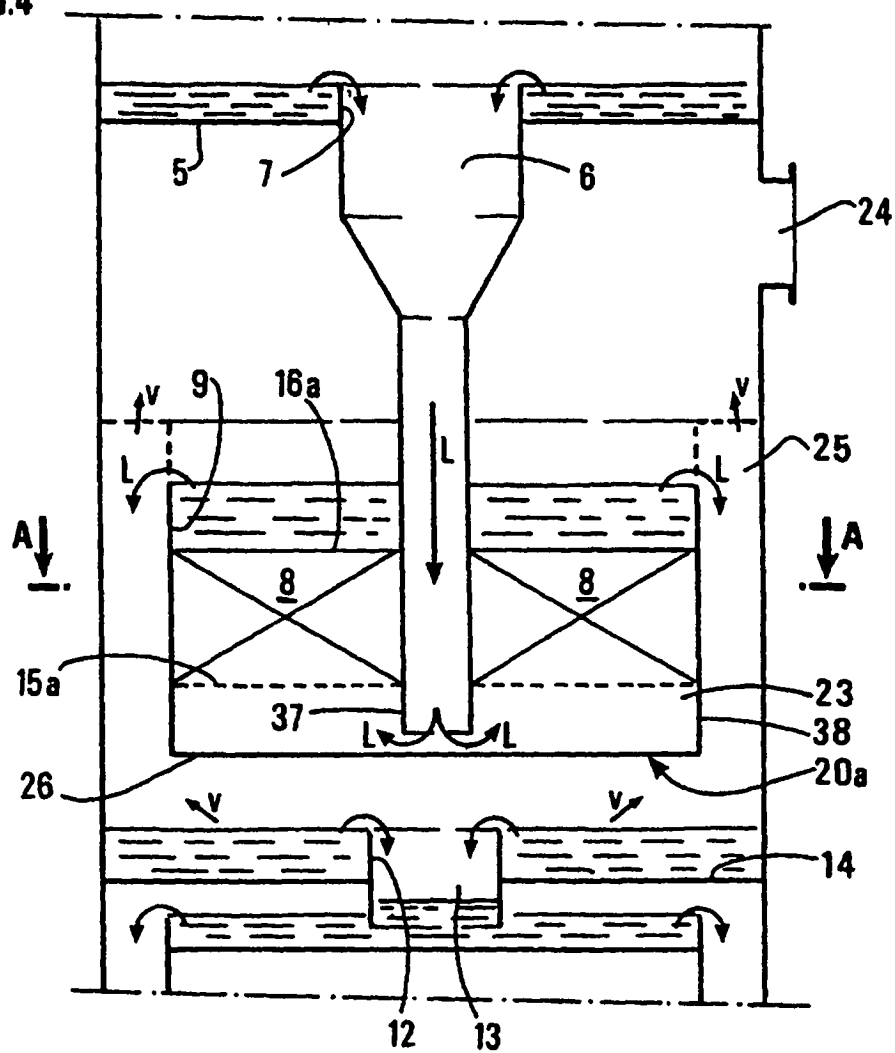


FIG.3

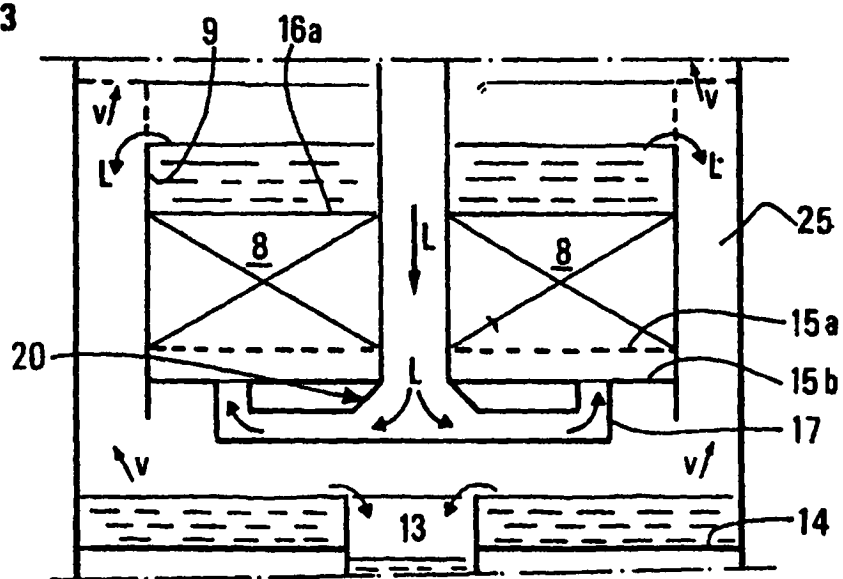


FIG.4A

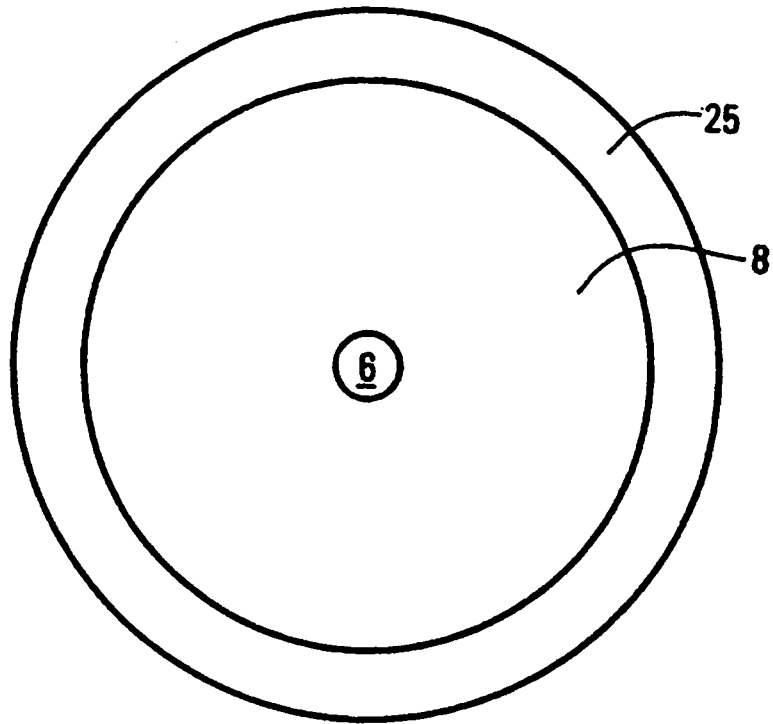


FIG.4B

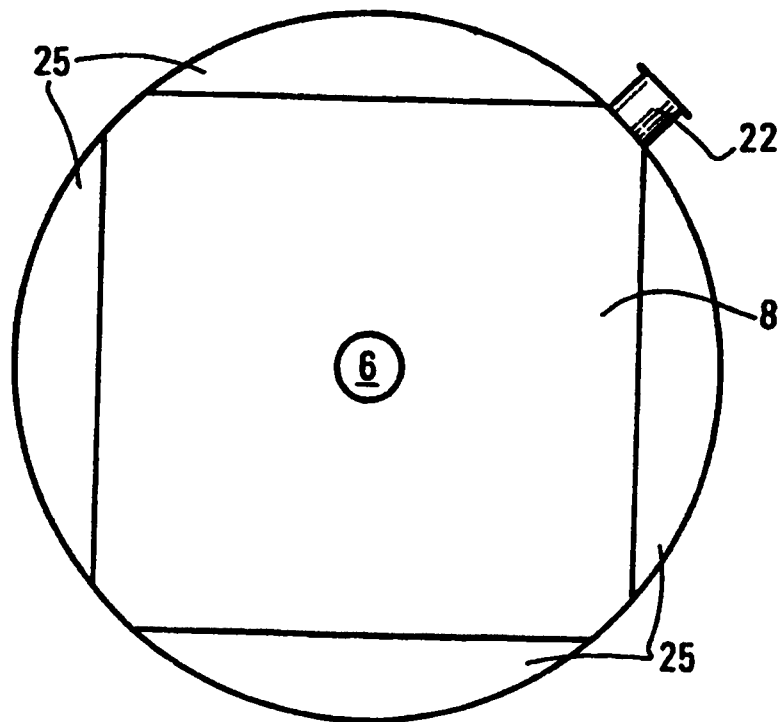


FIG.5

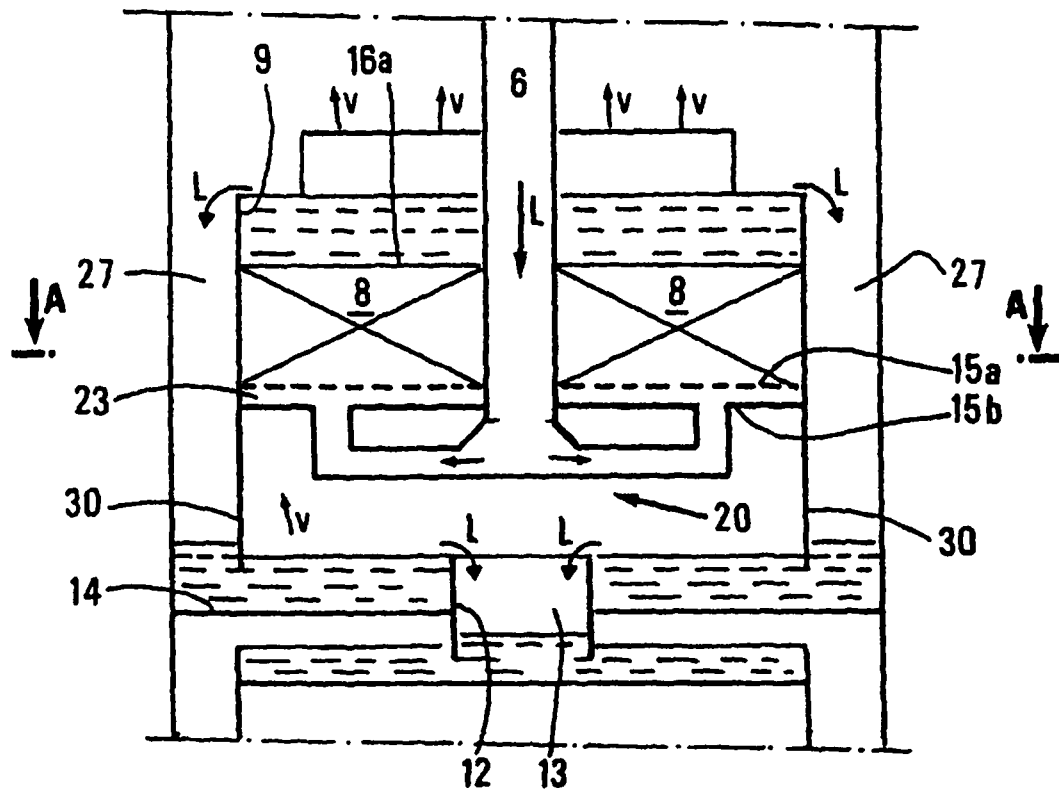


FIG.5A

