



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

(21) **PI 0615856-0 A2**

(22) Data de Depósito: 06/09/2006
(43) Data da Publicação: 18/12/2012
(RPI 2189)



(51) *Int.Cl.:*
C07D 317/12

(54) **Título:** PROCESSO PARA PREPARAR DIOXOLANO

(30) **Prioridade Unionista:** 07/09/2005 DE 10 2005 042 505.4

(73) **Titular(es):** BASF SE

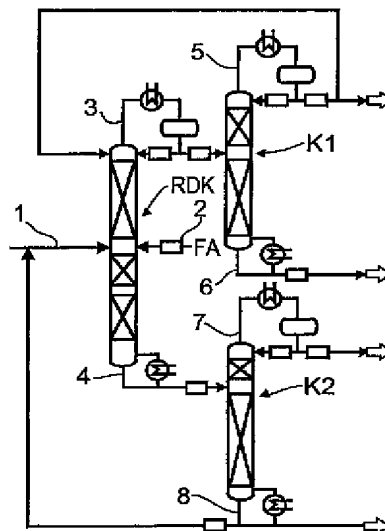
(72) **Inventor(es):** ACHIM STAMMER, EICKHARD STROEFER, MARKUS SIEGERT, NEVEN LANG

(74) **Procurador(es):** Momsen, Leonardos & CIA.

(86) **Pedido Internacional:** PCT EP2006066086 de 06/09/2006

(87) **Publicação Internacional:** WO 2007/028809de 15/03/2007

(57) **Resumo:** PROCESSO PARA PREPARAR DIOXOLANO. É divulgado um processo para produzir dioxolano pelo reação de etileno glicol (1) com formaldeído em solução aquosa (2) na presença de catalisadores. O dito processo é caracterizado em que a reação é realizada em uma coluna de destilação reativa (RDK). Os extratos de etileno glicol (1) e formaldeído aquoso (2) são alimentados para a coluna de destilação reativa (RDK) na sua zona central, e uma corrente (3) contendo dioxolano é retirada da zona de topo da coluna de destilação reativa (RDK) enquanto que uma corrente de fundo (4) contendo componentes que são de ebulição alta comprados como o dioxolano é retirado.



“PROCESSO PARA PREPARAR DIOXOLANO”

A invenção diz respeito a um processo para preparar dioxolano.

1,3-Dioxaciclopentano, a seguir aludido como dioxolano, é um derivado de etileno glicol que é usado industrialmente e pode ser preparado pela reação de etileno glicol com uma solução aquosa de formaldeído na presença de catalisadores ácidos tais como ácido sulfúrico, trifluoreto de boro, cloreto de zinco ou trocadores de íon ácido. O dioxolano puro pode ser isolado da mistura de reação usando vários processos de separação, em particular pela destilação ou extração.

O dioxolano é usado, em particular, como comonômero na polimerização de trioxano para formar copolímeros de polioximetileno.

O processo de longe o mais freqüentemente usado de separar misturas líquidas em frações ou componentes puros é a destilação ou retificação. A ação separadora deste processo poderoso está fundamentada na transferência de massa entre uma fase gasosa e uma fase líquida que são transportadas em contato direto em contracorrente entre si.

A DE A 1 279 025 divulga um processo para a purificação contínua de uma mistura de reação que compreende dioxolano da reação de etileno glicol com formaldeído na presença de catalisadores ácidos, em que um dioxolano bruto que ainda compreende quantidades relativamente grandes de água, formaldeído não reagido e quantidades relativamente pequenas de ácido e álcool, por exemplo, ácido fórmico e metanol, é primeiramente obtido pela destilação e é alimentado na forma gasosa em uma coluna de destilação em que uma mistura azeotrópica de dioxolano e água que compreende não mais do que 10 % em peso, no geral de cerca de 7 % em peso, de água é separada por destilação no topo. A mistura azeotrópica é esfriada a cerca de 20 a 40° C e é tratada em contracorrente com hidróxido de metal alcalino e/ou uma solução concentrada aquosa de hidróxido de metal alcalino, por meio do

qual a mesma é amplamente liberada da água e outras impurezas. Depois do tratamento alcalino, a mesma é fracionalmente destilada para dar dioxolano purificado tendo um teor de água extremamente baixo de 50 ppm ou menos por intermédio do fundo da coluna. O processo tem a desvantagem de que
5 uma pluralidade de colunas de destilação são necessárias para se obter dioxolano puro, resultando em custos de capital, operação e em particular energia correspondentes.

Foi portanto um objetivo da invenção fornecer um processo mais simples, em particular mais econômico, para preparar dioxolano puro
10 que, em particular, pode ser realizado em um número menor de aparelhos com custos de capital correspondentemente mais baixos.

A invenção fornece um processo para preparar dioxolano pela reação de etileno glicol com formaldeído em solução aquosa na presença de catalisadores, em que a reação é realizada em uma coluna de destilação reativa, com os materiais de partida etileno glicol e solução aquosa de
15 formaldeído sendo alimentados na coluna de destilação reativa na região central da coluna e uma corrente que compreende dioxolano compreendendo pelo menos 75 % em peso de dioxolano sendo retirado da região superior da coluna de destilação reativa e uma corrente de fundo que compreende
20 componentes tendo pontos de ebulição mais altos do que aquele do dioxolano que é retirado.

Foi descoberto que é possível realizar a reação de etileno glicol e solução aquosa de formaldeído em uma coluna de destilação reativa e para se obter uma corrente tendo uma alta proporção de dioxolano de pelo
25 menos 75 % em peso de dioxolano da região superior da coluna de destilação reativa.

As destilações reativas são conhecidas e são, como é conhecido, processos em que uma reação e uma separação pela destilação ocorrem. Tais processos são realizados em colunas de destilação reativas que

são equipadas com internos ativos em separação ou em que um catalisador é aplicado ou introduzido. Estes podem ser bandejas em que um leito de catalisador é instalado, mas são em particular recheios em que o catalisador é introduzido no recheio ou o recheio é revestido com catalisador.

5 No presente processo, os materiais de partida etileno glicol e formaldeído em solução aquosa são alimentados, em particular separadamente um do outro, na região central de uma coluna de destilação reativa que é fornecida com internos reativos. Em uma forma de realização, as duas correntes de alimentação são alimentadas na coluna de destilação reativa na
10 mesma altura.

Os catalisadores adequados são em princípio todos catalisadores conhecidos para a reação de glicol com solução aquosa de formaldeído. Estes são catalisadores ácidos tais como ácido sulfúrico, trifluoreto de boro, cloreto de zinco ou trocadores de íon ácido.

15 A coluna de destilação reativa pode ser operada em uma pressão no topo na faixa de 0,01 a 5 bar absoluto, preferivelmente de 0,15 a 2,50 bar absoluto, de modo particularmente preferível de 0,20 a 1,50 bar absoluto. Esta preferivelmente tem de 2 a 75, em particular de 5 a 50 e de modo particularmente preferível de 10 a 30, placas teóricas.

20 Uma corrente tendo um alto teor de dioxolano de pelo menos 75 % em peso, preferivelmente pelo menos 80 % em peso, de modo particularmente preferível pelo menos 85 % em peso, é retirada da região superior da coluna de destilação reativa. O processo, em particular, pode ser é realizada de modo que uma mistura tendo uma composição próxima ao
25 azeótropo binário de dioxolano/água seja obtida da região superior da coluna de destilação reativa sob as condições da pressão no topo da coluna de destilação reativa e da temperatura correspondente.

Nesta variante, a mistura tendo a composição próxima à composição do azeótropo binário de dioxolano/água é trabalhado para se

obter dioxolano em uma retificação oscilante em pressão subsequente: para este propósito, o azeótropo de dioxolano/água é alimentado na região central de uma primeira coluna de destilação que é operada a uma pressão no topo que está acima da pressão no topo da coluna de destilação reativa, em particular pelo menos 0,1 bar mais alto do que a pressão no topo da coluna de destilação reativa.

Uma corrente de topo que compreende o azeótropo binário de dioxolano/água é retirado da primeira coluna de destilação sob as condições de temperatura e pressão no topo da primeira coluna de destilação e uma corrente que compreende dioxolano puro é retirado da seção de extração da primeira coluna de destilação, em particular do fundo da primeira coluna de destilação.

Para o presente propósito, o dioxolano puro é uma corrente que compreende pelo menos 90 % em peso, em particular pelo menos 95 % em peso ou ainda pelo menos 99 % em peso, de dioxolano.

A corrente de topo da primeira coluna de destilação, que compreende o azeótropo binário de dioxolano/água sob as condições de temperatura e pressão no topo da primeira coluna de destilação, é reciclada para a coluna de destilação reativa, preferivelmente na sua parte superior.

A corrente de fundo da coluna de destilação reativa, que compreende componentes tendo pontos de ebulição mais altos do que aquele do dioxolano, em particular etileno glicol e água, é preferivelmente alimentada para uma segunda coluna de destilação que, em particular, é operada a uma pressão no topo na faixa de 0,01 a 5,00 bar absoluto, mais preferivelmente de 0,15 a 2,5 bar absoluto ou ainda de 0,20 a 1,50 bar absoluto, e da qual uma corrente de topo rica em água tendo um teor de água maior do que 75 % em peso, preferivelmente maior do que 90 % em peso, de modo particularmente preferível maior do que 99 % em peso, é retirado e uma corrente de fundo que é rica em etileno glicol e compreende pelo menos 90 %

em peso de etileno glicol é retirada.

Para evitar acúmulo de ebulidores altos na instalação, preferência é dada a descarregar uma subcorrente pequena DA corrente de fundo. O resto da corrente de fundo é reciclado para a coluna de destilação reativa. Este é preferivelmente misturado com a corrente de etileno glicol e alimentado na coluna de destilação reativa.

Em uma variante particularmente vantajosa do processo, a coluna de destilação reativa é configurada como um coluna de parede divisória. As colunas de parede divisória são, como é conhecido, colunas em que a mistura transversal de correntes de líquido e vapor nas sub-regiões da coluna é evitada pela instalação de uma parede divisória.

A coluna de parede divisória tem uma parede divisória que é alinhada na direção longitudinal da coluna e divide o interior da coluna em uma região de alimentação, uma região de tomada de saída, uma região de coluna combinada inferior e uma região de coluna combinada superior.

Os internos ativos em separação, em particular recheios ou bandejas, e o catalisador para a reação para formar dioxolano, que pode ser instalado sobre ou nos internos, são instalados na coluna de parede divisória.

Os edutos etileno glicol e solução aquosa de formaldeído são alimentados na coluna de parede divisória na sua região de alimentação, por exemplo, na mesma altura. Em um processo variante, o etileno glicol é introduzido acima da solução aquosa de formaldeído na região de alimentação da coluna de parede divisória.

Uma corrente que compreende dioxolano tendo um teor de dioxolano mínimo de 75 % em peso é retirado da região superior, em particular do topo, da coluna de parede divisória.

Uma corrente que compreende componentes tendo pontos de ebulição mais altos do que aquele do dioxolano, em particular etileno glicol, é retirado do fundo da coluna.

Uma corrente rica em água tendo um teor de água de mais do que 75 % em peso, preferivelmente maior do que 90 % em peso, de modo particularmente preferível maior do que 99 % em peso, é retirada da região de tomada de saída da coluna de parede divisória e é alimentado para a água residual que requer tratamento.

Em um processo variante, uma corrente de topo tendo a composição do azeótropo binário de dioxolano/água é retirada da coluna de parede divisória e é alimentada a uma primeira coluna de destilação que tem uma pressão no topo que é mais alta do que a pressão no topo da coluna de parede divisória, em particular em 0,1 bar, e que é fornecida, em particular, com de 2 a 75, preferivelmente de 5 a 50, placas teóricas.

Uma corrente de topo que compreende o azeótropo binário de dioxolano/água sob as condições de temperatura e pressão no topo da primeira coluna de destilação é retirada da primeira coluna de destilação e uma corrente que compreende dioxolano puro que corresponde à definição dada acima é retirada do fundo.

Em uma variante de processo particularmente vantajosa, os materiais de partida etileno glicol e solução aquosa de formaldeído são alimentados em uma maneira específica, isto é o etileno glicol é primeiramente alimentado acima da solução aquosa de formaldeído e em segundo lugar é introduzido em um excesso molar de etileno glicol de modo que a mistura líquida na coluna tenha um teor de etileno glicol de mais do que 25 % em peso.

Os inventores reconheceram que o equilíbrio da fase de vapor/líquido binária é alterado pela presença de etileno glicol de modo que o azeótropo de dioxolano/água desaparece completamente.

Se a proporção de componentes tendo pontos de ebulição mais baixos e/ou mais altos do que aquele do dioxolano na corrente de topo da coluna de destilação reativa é ainda muito alta, é possível alimentar esta

corrente em uma primeira coluna de destilação e separá-la neste ponto em uma corrente de topo que compreende componentes tendo pontos de ebulição mais baixos do que aquele do dioxolano, se apropriado uma corrente de fundo que compreende componentes tendo pontos de ebulição mais altos do que aquele do dioxolano e uma corrente de dioxolano pura da região inferior da seção de extração. Se a proporção de ebulidores altos não excedeu a especificação requerida, também é possível retirar a corrente de dioxolano pura como corrente de fundo da primeira coluna de destilação.

A corrente de fundo da coluna de destilação reativa é, como nas variantes de processo descritas acima, alimentada a uma segunda coluna de destilação e é separada neste ponto em uma fração suspensa rica em água e uma fração de fundo que é rica em etileno glicol e é preferivelmente, separada de uma subcorrente menor que é descarregada, reciclada para a coluna de destilação reativa, preferivelmente na corrente de alimentação de etileno glicol.

Em uma outra variante, o processo pode ser operado sem o uso da primeira coluna de destilação em um tal modo que uma corrente que compreende componentes tendo pontos de ebulição mais baixos do que aquele do dioxolano é retirada no topo da coluna de destilação reativa e uma corrente que compreende dioxolano puro é retirada da região superior da coluna de destilação reativa, abaixo da corrente de topo.

Em uma variante particularmente vantajosa, o processo pode ser realizado usando a introdução específica das correntes de alimentação descritas acima, isto é, com a introdução do etileno glicol acima da solução aquosa de formaldeído e também um excesso molar de etileno glicol em relação ao formaldeído, com a coluna de destilação reativa sendo configurada como um coluna de parede divisória de modo que a mistura líquida na coluna tem um teor de etileno glicol de mais do que 20 % em peso.

Nesta variante de processo, a corrente de alimentação de

etileno glicol é introduzida acima da solução aquosa de formaldeído na região de alimentação da coluna de parede divisória, de modo particularmente preferível na extremidade superior da coluna, e a solução aquosa de formaldeído é preferivelmente alimentada na região central da região de alimentação da coluna de parede divisória.

Uma corrente de topo que compreende componentes tendo pontos de ebulição mais baixos do que aquele do dioxolano é retirado da região de coluna combinada superior e dioxolano puro é retirado em um ponto abaixo deste, do mesmo modo da região de coluna combinada superior.

A corrente de fundo que compreende componentes tendo pontos de ebulição mais altos do que aquele do dioxolano é preferivelmente, separada de uma subcorrente pequena que é descarregada, reciclada para a coluna de destilação reativa configurada como uma coluna de parede divisória, em particular na corrente de alimentação de etileno glicol.

Uma corrente rica em água, em particular uma corrente tendo um teor de água de mais do que 75 % em peso, preferivelmente mais do que 90 % em peso, de modo particularmente preferível maior do que 99 % em peso, é retirada da região de tomada de saída da coluna de parede divisória em uma placa teórica que, em particular, está localizada na mesma altura ou abaixo do ponto no qual a solução aquosa de formaldeído é alimentada.

A invenção é ilustrada abaixo com a ajuda de exemplos e um desenho.

No desenho:

A Figura 1 esquematicamente mostra uma instalação para uma variante de processo,

As Figuras 2 a 5 cada uma esquematicamente mostra instalações para outras variantes de processo preferidas.

Os numerais de referência idênticos nas figuras denotam características idênticas ou análogas.

No esquema de processo mostrado na Figura 1, uma corrente de alimentação 1 que compreende etileno glicol e uma corrente de alimentação 2 que compreende uma solução aquosa de formaldeído são alimentadas em uma coluna de destilação reativa RDK que tem internos ativos em separação e, pelo menos em sub-regiões destes, internos reativos. Uma corrente de topo 3 que compreende o azeótropo de dioxolano/água é retirada da coluna de destilação reativa, condensada em um condensador no topo da coluna, parte dela é retornada como retrocesso para a coluna de destilação reativa e o resto é alimentado a uma primeira coluna de destilação K1 que é operada a uma pressão no topo que é mais alta do que aquela na coluna de destilação reativa RDK e separada nesse ponto em uma corrente de topo que compreende o azeótropo de dioxolano/água na pressão no topo da primeira coluna de destilação K1, que é condensada em um condensador e parte dela é reciclada para a coluna de destilação reativa RDK na sua região superior e o resto é descarregado. Uma corrente de fundo 6 que compreende dioxolano puro é retirada da primeira coluna de destilação.

A corrente de fundo 4 da coluna de destilação reativa RDK compreende componentes tendo pontos de ebulição mais altos do que aquele do dioxolano, em particular etileno glicol e água. A corrente de fundo 4 da coluna de destilação reativa RDK é alimentada a uma segunda coluna de destilação K2 e separada nesse ponto em uma corrente de topo rica em água 7 e uma corrente de fundo 8 que compreende predominantemente glicol. Na variante de processo preferida mostrada na figura, uma subcorrente da corrente de fundo 8 é descarregada e o resto da corrente de fundo 8 é reciclado para a coluna de destilação reativa, na corrente de alimentação de etileno glicol 1.

A variante de processo mostrada na Figura 2 mostra uma coluna de destilação reativa RDK que é configurada como uma coluna de parede divisória e tem uma parede divisória TW que é alinhada na direção

longitudinal da coluna e divide o interior da coluna de destilação reativa RDK em uma região de alimentação A, uma região de captação B, uma região de coluna combinada inferior C e uma região de coluna combinada superior D.

As correntes de alimentação de etileno glicol (corrente 1) e
5 solução aquosa de formaldeído (corrente 2) são introduzidas na região de alimentação; na variante de processo preferida mostrada na figura, a corrente 1 é introduzida acima da corrente 2. Uma corrente rica em água 19 é retirada da seção de passagem B e é alimentada para a água residual que requer tratamento. Uma corrente 3 que compreende o azeótropo de dioxolano/água é
10 retirada da região de coluna combinada superior D, condensada em um condensador no topo da coluna, parte dela é retornada como retrocesso para a coluna de destilação reativa RDK e o resto é alimentado a uma primeira coluna de destilação K1 que é operada em uma pressão no topo que é mais alta do que aquela na coluna de destilação reativa configurada como coluna de
15 parede divisória e é separada nesse ponto em uma corrente de topo 5 que compreende o azeótropo de dioxolano/água sob as condições de temperatura e pressão no topo da primeira coluna de destilação K1, da qual parte é retirada e o resto é reciclado para a coluna de destilação reativa RDK na sua região superior, e uma corrente de fundo 6 que compreende dioxolano puro.

20 Na variante de processo mostrada na Figura 3, a corrente de alimentação de etileno glicol 1 é alimentada acima da corrente 2 da solução aquosa de formaldeído.

A corrente de topo 3 da coluna de destilação reativa RDK é alimentada a uma primeira coluna de destilação K1 e separada nesse ponto em
25 uma corrente de topo 5 que compreende ebulidores baixos, a corrente de fundo 9 e uma corrente 6 da região inferior da seção de extração, que compreende dioxolano puro.

A corrente de fundo 4 da coluna de destilação reativa RDK é alimentada a uma segunda coluna de destilação K2 e separada nesse ponto em

uma corrente de topo rica em água 7 e uma corrente de fundo 8 que compreende predominantemente etileno glicol, parte da qual é, na forma de realização preferida mostrada na Figura 2, descarregada e o resto é reciclado para a coluna de destilação reativa RDK, na corrente de alimentação do etileno glicol 1.

A Figura 4 mostra uma variante do processo representada na Figura 3 sem a primeira coluna de destilação K1; uma corrente de topo 11 que compreende ebulidores baixos é retirado da coluna de destilação reativa RDK e, em um ponto abaixo deste, uma corrente que compreende dioxolano puro 3 é retirado da região superior da coluna de destilação reativa RDK.

A Figura 5 mostra uma variante de processo particularmente preferida tendo uma coluna única, isto é a coluna de destilação reativa RDK que é configurada como uma coluna de parede divisória tendo uma parede divisória TW alinhada na direção longitudinal da coluna. A corrente de alimentação de etileno glicol 1 é introduzida na parte superior da região de alimentação A e a solução aquosa de formaldeído, a corrente 2, é introduzida em um ponto abaixo deste na parte central da região de alimentação A. Uma corrente rica em água 10 é retirada da região de tomada de saída, uma corrente de topo 11 que compreende ebulidores baixos é retirada da região de coluna combinada superior D e uma corrente 3 que compreende dioxolano puro é retirada abaixo desta.

A corrente de fundo 4, que compreende predominantemente etileno glicol, é parcialmente descarregada e o resto é reciclado para a coluna de destilação reativa configurada como coluna de parede divisória, na corrente de alimentação de etileno glicol 1.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para preparar dioxolano pela reação de etileno glicol (1) com formaldeído em solução aquosa (2) na presença de catalisadores, caracterizado pelo fato de que a reação é realizada em uma coluna de destilação reativa (RDK), com os materiais de partida etileno glicol (1) e solução aquosa de formaldeído (2) sendo alimentados na coluna de destilação reativa (RDK) na região central da coluna e uma corrente que compreende dioxolano (3) compreendendo pelo menos 75 % em peso de dioxolano que é retirado da região superior da coluna de destilação reativa (RDK) e uma corrente de fundo (4) que compreende componentes tendo pontos de ebulição mais altos do que aquele do dioxolano que é retirado.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que a coluna de destilação reativa (RDK) é operada em uma pressão no topo na faixa de 0,01 a 50 bar absoluto, preferivelmente de 0,15 a 2,50 bar absoluto, de modo particularmente preferível de 0,2 a 1,50 bar absoluto.

3. Processo de acordo com as reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que a corrente que compreende dioxolano (3) da região superior da coluna de destilação reativa (RDK) tem a composição do azeótropo de dioxolano/água sob as condições de temperatura e pressão na região superior da coluna de destilação reativa, a corrente compreendendo dioxolano (3) é alimentada a uma primeira coluna de destilação (K1) em que a pressão no topo está acima da pressão no topo da coluna de destilação reativa (RDK) e uma corrente de topo (5) tendo a composição do azeótropo de dioxolano/água sob as condições de temperatura e pressão no topo da primeira coluna de destilação (K1) é retirada da primeira coluna de destilação (K1) e é reciclada para a coluna de destilação reativa (RDK) e uma corrente (6) que compreende dioxolano puro e tem um teor de dioxolano de mais do que 90 % em peso, preferivelmente maior do que 95 % em peso e de modo

particularmente preferível maior do que 99 % em peso, é retirada da seção de extração da primeira coluna de destilação (K1), em particular do fundo da primeira coluna de destilação (K1).

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 3, caracterizado pelo fato de que a corrente de fundo (4) da coluna de destilação reativa (RDK), que compreende componentes tendo pontos de ebulição mais altos do que aquele do dioxolano, é alimentada a uma segunda coluna de destilação (K2) que é operada em uma pressão no topo na faixa de 0,1 a 50 bar absoluto, preferivelmente de 0,15 a 2,50 bar absoluto, de modo particularmente preferível de 0,2 a 1,50 bar absoluto, e da qual uma corrente de topo rica em água (7) tendo um teor de água de mais do que 75 % em peso, preferivelmente maior do que 90 % em peso, de modo particularmente preferível maior do que 99 % em peso, e uma corrente de fundo (8) que é rica em etileno glicol são retiradas.

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 4, caracterizado pelo fato de que uma subcorrente pequena da corrente de fundo (8) que é rica em etileno glicol da segunda coluna de destilação (K2) é descarregada e o resto da corrente de fundo (8) que é rica em etileno glicol é reciclado para a coluna de destilação reativa (RDK).

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 3, caracterizado pelo fato de que a coluna de destilação reativa (RDK) é configurada como uma coluna de parede divisória tendo uma parede divisória (TW) que é alinhada na direção longitudinal da coluna e divide o interior da coluna de destilação reativa (RDK) em uma região de alimentação (A), uma região de tomada de saída (B), uma região de coluna combinada inferior (C) e uma região de coluna combinada superior (D) e os materiais de partida etileno glicol (1) e solução aquosa de formaldeído (2) são alimentados na região de alimentação (A), a corrente (3) que compreende dioxolano é retirada da região de coluna combinada superior (D) e a corrente de fundo (4) que compreende

componentes tendo pontos de ebulição mais altos do que aquele do dioxolano é retirada da região de coluna combinada inferior (C) e uma corrente rica em água (10) tendo um teor de água de mais do que 75 % em peso, preferivelmente maior do que 90 % em peso, de modo particularmente preferível maior do que 99 % em peso, é retirada da região de tomada de saída (B).

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações de 1 a 6, caracterizado pelo fato de que etileno glicol (1) é alimentado na coluna de destilação reativa (RDK) em um excesso molar em relação ao formaldeído em solução aquosa (2) e em um ponto acima deste.

8. Processo de acordo com as reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que etileno glicol (1) é alimentado na coluna de destilação reativa (RDK) em um excesso molar em relação ao formaldeído em solução aquosa (3) e em um ponto acima deste e a corrente que compreende dioxolano (3) da região superior da coluna de destilação reativa (RDK) compreende dioxolano puro tendo um teor de dioxolano de mais do que 95 % em peso, preferivelmente maior do que 99 % em peso, de modo particularmente preferível maior do que 99,5 % em peso.

9. Processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que uma corrente de topo 11 que compreende componentes tendo pontos de ebulição mais baixos do que aquele do dioxolano é retirado da coluna de destilação reativa (RDK) e a corrente de fundo (4) da coluna de destilação reativa (RDK) é alimentada a uma segunda coluna de destilação (K2) que é operada a uma pressão no topo na faixa de 0,1 a 50 bar absoluto, preferivelmente de 0,15 a 2,50 bar absoluto, de modo particularmente preferível de 0,2 a 1,50 bar absoluto, e da qual uma corrente de topo rica em água (7) tendo um teor de água de mais do que 75 % em peso, preferivelmente maior do que 90 % em peso, de modo particularmente preferível maior do que 99 % em peso, e uma corrente de fundo (8) que é rica

em etileno glicol são retiradas.

10. Processo de acordo com a reivindicação 8, caracterizado pelo fato de que a coluna de destilação reativa (RDK) é configurada como uma coluna de parede divisória tendo uma parede divisória (TW) que é alinhada na direção longitudinal e divide o interior da coluna de destilação reativa (RDK) em uma região de alimentação (A), uma região de tomada de saída (B), uma região de coluna combinada inferior (C) e uma região de coluna combinada superior (D) e os materiais de partida etileno glicol (1) e solução aquosa de formaldeído (2) são alimentados na região de alimentação (A), a corrente (3) que compreende dioxolano é retirada da região de coluna combinada superior (D) e a corrente de fundo (4) que compreende componentes tendo pontos de ebulição mais altos do que aquele do dioxolano é retirado da região de coluna combinada inferior (C) e uma corrente rica em água (10) tendo um teor de água de mais do que 75 % em peso, preferivelmente maior do que 90 % em peso, de modo particularmente preferível maior do que 99 % em peso, é retirado da região de tomada de saída (B).

FIG.1

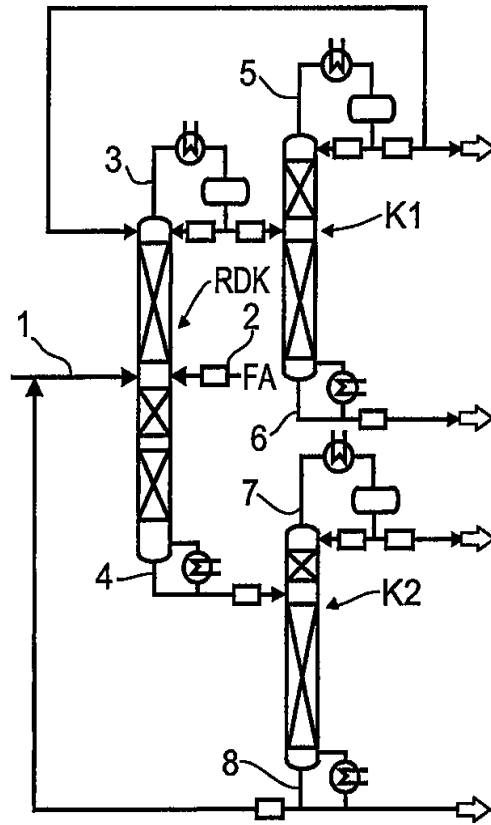


FIG.2

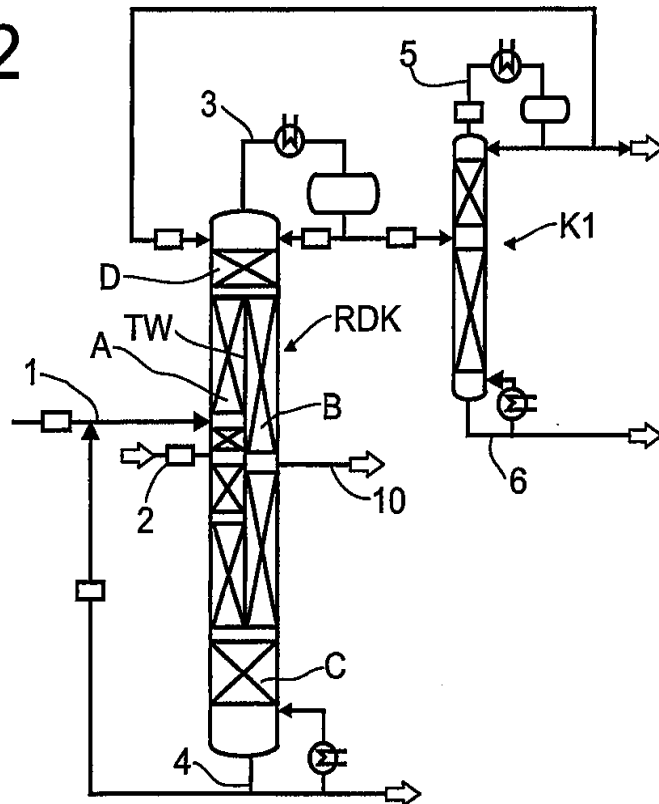


FIG.3

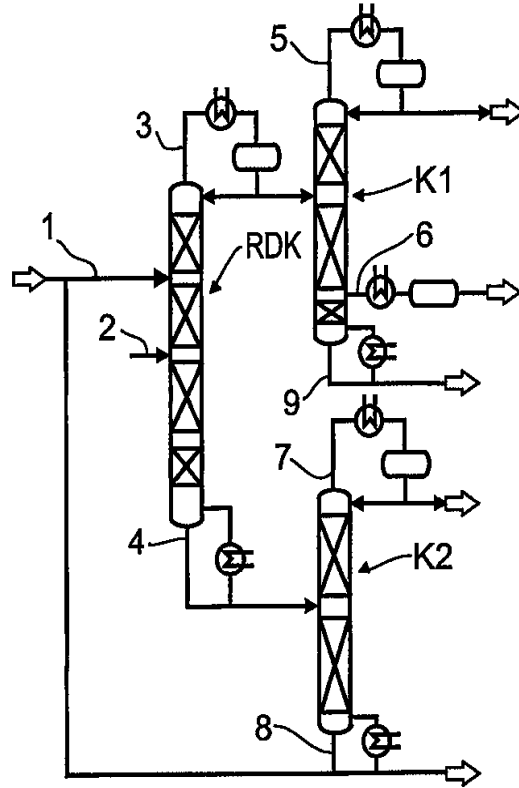


FIG.4

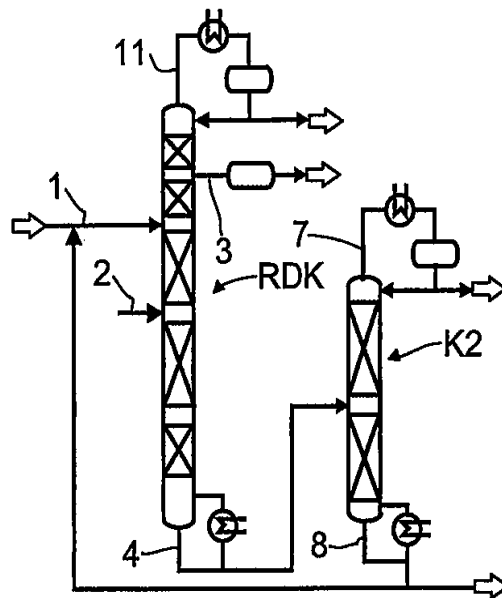
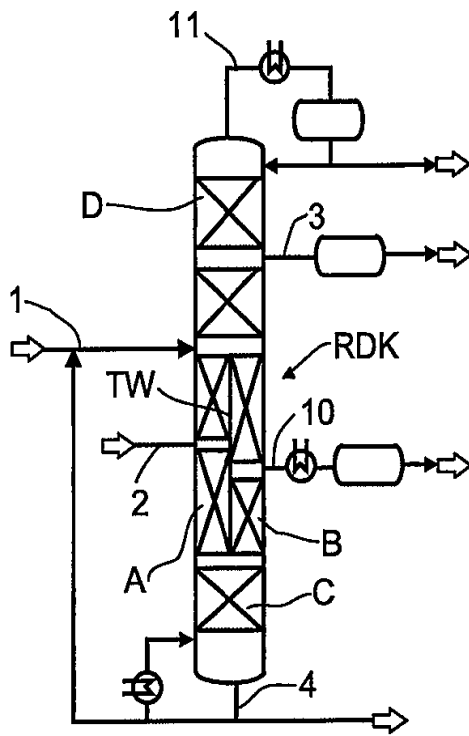


FIG.5



RESUMO“PROCESSO PARA PREPARAR DIOXOLANO”

É divulgado um processo para produzir dioxolano pela reação de etileno glicol (1) com formaldeído em solução aquosa (2) na presença de catalisadores. O dito processo é caracterizado em que a reação é realizada em uma coluna de destilação reativa (RDK). Os extratos de etileno glicol (1) e formaldeído aquoso (2) são alimentados para a coluna de destilação reativa (RDK) na sua zona central, e uma corrente (3) contendo dioxolano é retirada da zona de topo da coluna de destilação reativa (RDK) enquanto que uma corrente de fundo (4) contendo componentes que são de ebulição alta comparados com o dioxolano é retirado.