



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

(11) PI 0820091-2 B1

(22) Data do Depósito: 05/12/2008

(45) Data de Concessão: 06/02/2018



(54) Título: PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM ALQUILENO GLICOL A PARTIR DE ÓXIDO DE ALQUILENO

(51) Int.Cl.: C07C 29/09; C07C 31/20; C07C 68/06; C07D 317/36; C07D 317/38

(30) Prioridade Unionista: 06/12/2007 EP 07122548.6

(73) Titular(es): SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ B.V.

(72) Inventor(es): HENDRIK JOHANNES VAN MILLIGEN; PETER VEENSTRA

“PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM ALQUILENO GLICOL A PARTIR DE ÓXIDO DE ALQUILENO”

Campo da invenção

[0001] A presente invenção refere-se a um processo para a preparação de um alquilenoglicol a partir de óxido de alquilenoglicol.

Antecedentes da invenção

[0002] Monoetilenglicol é usado como uma matéria prima na fabricação das fibras de poliéster, plásticos e resinas de tereftalato de polietileno. Também é incorporado nos líquidos anti-congelamento de automóveis.

[0003] Monoetilenglicol pode ser preparado em um processo altamente seletivo a partir de óxido de etileno via carbonato de etileno. Este é tipicamente realizado em um processo em duas etapas, em que a primeira etapa é a reação de óxido de etileno com dióxido de carbono para formar carbonato de etileno, e a segunda etapa é a hidrólise de carbonato de etileno para formar etilenglicol.

[0004] Em US 6.080.897, óxido de etileno reage com dióxido de carbono para formar carbonato de etileno em um aparelho de reação de carboxilação consistindo de uma primeira coluna de borbulhamento, uma segunda coluna de borbulhamento e um separador gás-líquido. A fase líquida do separado é passada para um reator tubular, e a solução de reação do reator tubular é passada para um aparelho de hidrólise composto de um primeiro vaso e um segundo vaso conectados em série. O dióxido de carbono liberado na reação de hidrólise é comprimido e reciclado para o aparelho de reação de carboxilação.

[0005] Em JP 11-269110, óxido de etileno reage com dióxido de carbono e água na presença do catalisador para formar carbonato de etileno e monoetilenglicol em um reator de tipo ciclo com um ejetor. A parte da solução de reação é extraída da porção inferior do reator e a porção extraída é

circulada usando uma bomba e injetada na porção superior do reator via um bocal de ejetor. Calor da reação de carboxilação exotérmica é removido por resfriamento da mistura de reação extraída em um trocador de calor. No exemplo, a mistura de reação do reator continha 61,1% monoetileno glicol e 37,1% carbonato de etileno. Subsequente hidrólise e destilação forneceram o monoetileno glicol de qualidade elevada. Um sistema similar system é descrito em JP 2001 233831.

[0006] Os presentes inventores procuraram ainda melhorar a fabricação de alquilenos glicol a partir de óxido de alquilenos.

Sumário da invenção

[0007] Assim, a presente invenção provê um processo para a preparação de um alquilenos glicol a partir de óxido de alquilenos, compreendendo as etapas de

(a) suprir óxido de alquilenos, água, um catalisador de carboxilação homogêneo e um catalisador de hidrólise homogêneo como reagentes líquidos para uma zona de carboxilação de um reator,

(b) usar um ou mais ejetores para misturar dióxido de carbono e os reagentes líquidos na zona de carboxilação de modo que óxido de alquilenos reaja com dióxido de carbono na presença de água para formar uma solução de reação compreendendo carbonato de alquilenos, água, o catalisador de carboxilação homogêneo e o catalisador de hidrólise homogêneo;

(c) suprir a solução de reação a partir da zona de carboxilação para uma zona de hidrólise de um reator, em que carbonato de alquilenos e água reagem para formar uma solução de produto compreendendo alquilenos glicol, o catalisador de carboxilação homogêneo e o catalisador de hidrólise homogêneo;

(d) suprir dióxido de carbono liberado pela reação de carbonato de alquilenos e água na zona de hidrólise para a zona de carboxilação; e

(e) retirar a solução de produto a partir da zona de hidrólise.

[0008] A presente invenção ainda provê um reator para a preparação de um alquilenol glicol a partir de óxido de alquilenol, compreendendo

(a) uma zona de carboxilação compreendendo uma ou mais entradas para reagentes líquidos compreendendo óxido de alquilenol, água, um catalisador de carboxilação homogêneo e um catalisador de hidrólise homogêneo, uma ou mais entradas para dióxido de carbono, um ou mais ejetores para misturar dióxido de carbono com os reagentes líquidos, e uma ou mais saídas para uma solução de reação compreendendo carbonato de alquilenol, água, o catalisador de carboxilação homogêneo e o catalisador de hidrólise homogêneo;

(b) uma zona de hidrólise compreendendo uma ou mais entradas para uma solução de reação, uma ou mais saídas for dióxido de carbono, e uma ou mais saídas para uma solução de produto compreendendo alquilenol glicol, o catalisador de carboxilação homogêneo e o catalisador de hidrólise homogêneo; e

(c) um canal pelo qual dióxido de carbono pode ser fornecido a partir da zona de hidrólise para a zona de carboxilação.

[0009] O processo e reator da invenção podem alcançar uma elevada conversão de óxido de alquilenol em alquilenol glicol em um aparelho relativamente simples e pequeno, assim reduzindo os custos com capital.

Breve Descrição dos Desenhos

[00010] Figura 1 é um diagrama esquemático mostrando um reator e processo de acordo com uma primeira forma de realização da invenção.

[00011] Figura 2 é um diagrama esquemático mostrando um reator e processo de acordo com a segunda forma de realização da invenção.

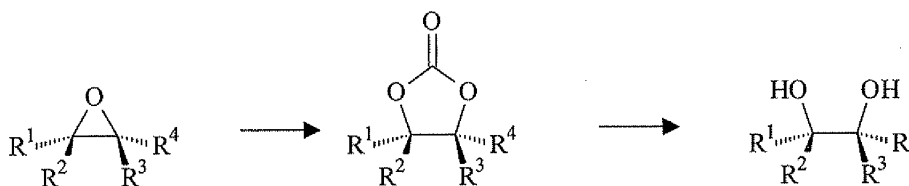
[00012] Figura 3 é um diagrama esquemático mostrando um reator e processo de acordo com uma terceira forma de realização da invenção.

Descrição detalhada da invenção

[00013] O processo e reator da invenção usam um ou mais ejetores para

misturar dióxido de carbono e os reagentes líquidos na zona de carboxilação. O dióxido de carbono é fornecido para a zona de carboxilação a partir da zona de hidrólise, onde ele é liberado durante a reação de carbonato de alquilenos e água. Um ejetor é um dispositivo em que um fluido motivo passa através de um bocal convergente-divergente, criando uma pressão baixa que arrasta para dentro e movimenta um fluido sob sucção. O uso de um ou mais ejetores assegura a mistura de dióxido de carbono (presente na fase vapor) com o óxido de etileno e promove a reação de carboxilação. Adicionalmente, alguma parte do óxido de etileno está presente na fase vapor e os ejetores misturam o óxido de etileno gasoso com os reagentes líquidos.

[00014] A presente invenção provê um processo para a preparação de um alquilenos glicol a partir de óxido de alquilenos, procedendo via um intermediário de carbonato de alquilenos:



[00015] R^1 , R^2 , R^3 e R^4 podem independentemente ser escolhidos dentre hidrogênio ou um grupo alquila opcionalmente substituído tendo de 1 a 6 átomos de carbono, preferivelmente de 1 a 3 átomos de carbono. Como substituintes, porções como grupos hidroxil podem estar presentes. Preferivelmente, R^1 , R^2 e R^3 representam átomos de hidrogênio e R^4 representa hidrogênio ou um grupo alquila C_1 - C_3 - substituído e mais preferivelmente, R^1 , R^2 , R^3 e R^4 representam, todos, átomos de hidrogênio.

[00016] Exemplos de óxidos de alquilenos apropriados assim incluem óxido de etileno e óxido de propileno. Na presente invenção, o mais preferido óxido de alquilenos é óxido de etileno.

[00017] Os termos "zona de carboxilação" e "zona de hidrólise" são usados para descrever regiões em um ou mais vasos reatores em que, respectivamente, carboxilação de óxido de alquilenos e hidrólise de carbonato

de alquilenos ocorrem. Na prática, as regiões onde a carboxilação e hidrólise ocorrem podem se sobrepor (isto é, carboxilação e hidrólise podem ocorrer na mesma região). No entanto, os termos "zona de carboxilação" e "zona de hidrólise" indicam regiões em que predominantemente carboxilação ocorre e em que predominantemente hidrólise ocorre. A zona de hidrólise é a jusante da zona de carboxilação. Cada zona consiste de uma fase líquida, em que a reação de carboxilação ou hidrólise ocorre, e uma fase de gás acima da fase líquida. Na zona de carboxilação preferivelmente pelo menos 80 % em peso de óxido de alquilenos fornecidos para a zona de carboxilação reagem com dióxido de carbono para formar carbonato de alquilenos. Na zona de hidrólise preferivelmente pelo menos 80% em peso de carbonato de alquilenos em uma solução de reação a partir da zona de carboxilação reage com água para formar alquilenos glicol.

[00018] A zona de carboxilação e zona de hidrólise no processo e reator da invenção podem estar contidas em mais do que um vaso reator (por exemplo, a zona de carboxilação pode estar em um primeiro vaso de reação e a zona de hidrólise pode estar em um segundo vaso de reação), mas em uma forma de realização preferida da invenção, a zona de carboxilação e a zona de hidrólise estão contidas dentro de um vaso reator. O reator da invenção pode compreender somente dois compartimentos (um compartimento que forma a zona de carboxilação e um compartimento que forma a zona de hidrólise), mas o reator é preferivelmente dividido em pelo menos quatro compartimentos, e o mais preferivelmente o reator da invenção é um vaso reator único dividido em pelo menos quatro compartimentos. O termo "compartimento" é usado para descrever uma subdivisão do volume de um reator através da qual os líquidos devem passar, por exemplo, se o reator tem quatro compartimentos, os líquidos de reação devem passar através de cada um dos quatro compartimentos por vez antes de saírem do reator. Dividir o reator em compartimentos aumenta a conversão para um dado volume do

reator ou pode manter um nível de conversão com um volume de reator menor, assim aumentando a economia do processo. A zona de carboxilação preferivelmente compreende pelo menos o primeiro compartimento de um reator tendo pelo menos quatro compartimentos. (O termo "primeiro compartimento" é usado para descrever o compartimento que está mais a montante.). A zona de hidrólise preferivelmente compreende pelo menos o compartimento final de um reator tendo pelo menos quatro compartimentos. (O termo "compartimento final" é usado para descrever o compartimento que está mais a jusante.) Preferivelmente o reator tem pelo menos 6 compartimentos e mais preferivelmente o reator tem pelo menos 8 compartimentos. Preferivelmente o reator tem menos do que 30 compartimentos.

[00019] O reator da invenção é preferivelmente dividido em compartimentos por chicanas internas. Preferivelmente a zona de carboxilação é separada a partir da zona de hidrólise por uma chicana interna. Em uma forma de realização da invenção, as chicanas internas proporcionam uma via sinuosa ou tortuosa para os líquidos de reação através do reator. Em uma forma de realização preferida, os compartimentos no reator são formados por uma série de primeiras chicanas internas e segundas chicanas internas alternantes que proporcionam uma via sinuosa para o líquido de reação passar através do reator. Em uma forma de realização a mais preferida, os líquidos de reação passam sob as primeiras chicanas internas e os fluidos de reação fluidos passam sobre as segundas chicanas internas. Por exemplo, as primeiras chicanas internas podem ser chicanas se estendendo descendentemente e as segundas chicanas internas podem ser chicanas se estendendo ascendentemente.

[00020] Óxido de alquilenos, água, um catalisador de carboxilação homogêneo e um catalisador de hidrólise homogêneo são fornecidos como reagentes líquidos para a zona de carboxilação de um reator. Preferivelmente

o reator da invenção compreende pelo menos um ciclo de reciclo pelo qual reagentes líquidos são retirados a partir da zona de carboxilação e subsequentemente retornados para a zona de carboxilação. Se o reator é dividido em compartimentos, preferivelmente cada compartimento na zona de carboxilação tem pelo menos um ciclo de reciclo pelo qual reagentes líquidos são retirados a partir da zona de carboxilação e subsequentemente retornados para a zona de carboxilação. O um ou mais ciclos de reciclo irão continuamente re-suprir os reagentes líquidos para a zona de carboxilação. No entanto, à medida que os reagentes serão consumidos na reação de carboxilação e/ou irão deixar a zona de carboxilação como parte do produto de reação, é necessário suprir o óxido de alquilenos, água, catalisador de carboxilação homogêneo e catalisador de hidrólise homogêneo a partir de fontes externas para a zona de carboxilação. Os reagentes líquidos a partir de fontes externas são preferivelmente fornecidos a pelo menos um de um ou mais ciclos de reciclo. Se o reator é dividido em compartimentos, preferivelmente os reagentes líquidos a partir de fontes externas são fornecidos para o compartimento que está o mais a montante na zona de carboxilação, o mais preferivelmente via um ciclo de reciclo que supre novamente os reagentes líquidos para este compartimento.

[00021] Uma vantagem dos ciclos de reciclo é que eles permitem o controle da temperatura na zona de carboxilação porque os líquidos em um ou mais dos ciclos de reciclo podem ser submetidos à troca de calor. A reação de carboxilação é exotérmica, assim preferivelmente calor é retirado (e preferivelmente recuperado) de um ou mais ciclos de reciclo que são conectados ao compartimento (s) o mais a montante na zona de carboxilação. Pode ser preferido fornecer calor aos compartimentos que estão ainda a jusante na zona de carboxilação como menor reação pode ocorrer e a exoterma pode ser assim menor.

[00022] Outra vantagem de ciclos de reciclo é que eles promovem a

mistura dos reagentes líquidos.

[00023] A razão molar de óxido de alquilenos para água fornecida para a zona de carboxilação (de fontes externas, isto é, não via um ciclo de reciclo) é preferivelmente entre 1:5 e 2:1, mais preferivelmente entre 1:2 e 1.2:1, o mais preferivelmente cerca de 1:1.

[00024] Os catalisadores homogêneos que são conhecidos para promover a carboxilação incluem halogenetos de metal alcalino, como iodeto de potássio e brometo de potássio, e sais de fosfônio ou amônio orgânicos halogenados, como iodeto de tributimetilfosfônio, iodeto de tetrabutilfosfônio, iodeto de trifenilmetilfosfônio, brometo de trifenilpropilfosfônio, cloreto de trifenilbenzilfosfônio, brometo de tetraetilamônio, brometo de tetrametilamônio, brometo de benziltriethylamônio, brometo de tetrabutilamônio e iodeto de tributimetilamônio. Os catalisadores homogêneos que são conhecidos para promover a hidrólise incluem sais de metal alcalino básicos, como carbonato de potássio, hidróxido de potássio e bicarbonato de potássio, ou metalatos de metal alcalino como molibdato de potássio. É possível que um catalisador pode ser empregado tanto como o catalisador de carboxilação homogêneo e o catalisador de hidrólise homogêneo, mas é preferido que diferentes catalisadores sejam empregados como o catalisador de carboxilação homogêneo e o catalisador de hidrólise homogêneo. Os sistemas de catalisador homogêneos preferidos incluem uma combinação de iodeto de potássio e carbonato de potássio, e uma combinação de iodeto de potássio e molibdato de potássio. Os catalisadores são preferivelmente fornecidos como uma mistura de catalisador dissolvida em alquilenos glicol.

[00025] A razão molar de catalisador de carboxilação para óxido de alquilenos que é fornecido para a zona de carboxilação a partir de fontes externas (isto é, não via um ciclo de reciclo) é preferivelmente entre 1:1000 e 1:20. A razão molar de catalisador de hidrólise para óxido de alquilenos que é

fornecido para a zona de carboxilação a partir de fontes externas (isto é, não via um ciclo de reciclo) é preferivelmente entre 1:1000 e 1:20.

[00026] Dióxido de carbono é fornecido para a zona de carboxilação a partir da zona de hidrólise. Dióxido de carbono é misturado com os reagentes líquidos na zona de carboxilação de modo que óxido de alquilenos reaja com dióxido de carbono na presença de água para formar uma solução de reação compreendendo carbonato de alquilenos, água, o catalisador de carboxilação homogêneo e o catalisador de hidrólise homogêneo. A mistura de dióxido de carbono na fase líquida é obtida usando um ou mais ejetores. Um ejetor é um dispositivo em que um fluido motivo passa através de um bocal convergente-divergente, criando uma baixa pressão que arrasta e movimenta um fluido de sucção. Na presente invenção, o fluido motivo inclui os reagentes líquidos, e o fluido de sucção é um gás compreendendo dióxido de carbono. Ejetores podem ser montados dentro do reator, de modo que ocorra sucção de gases presentes no espaço de vapor dentro do reator. Ejetores podem alternativamente ser montados de modo que a sucção ocorra fora do reator. Uma vantagem de montar as entradas do ejetor fora do reator é que elas são mais fáceis de manter. As saídas dos ejetores estão dentro do reator e podem ser posicionadas de modo que os fluidos deixando os ejetores entrem na fase de gás no reator ou entrem na fase líquida no reator. Preferivelmente, a mistura é obtida usando mais do que um ejetor, e o mais preferivelmente, ejetores são usados em todos os compartimentos na zona de carboxilação. Cada compartimento pode usar o mesmo tipo de ejetor, mas diferentes tipos de ejetores (isto é, ejetores em que a sucção ocorre dentro/fora do reator, ejetores tendo saídas em uma fase de gás/ fase de líquido) podem ser usados em compartimentos diferentes.

[00027] A solução de reação a partir da zona de carboxilação é fornecida para uma zona de hidrólise de um reator. Preferivelmente a solução de reação é fornecida a partir da zona de carboxilação para a zona de hidrólise sem

mudar a pressão da solução de reação, isto é, não se tem exigência de bombear a solução de reação a partir da zona de carboxilação para a zona de hidrólise. Em uma forma de realização da invenção preferida, a zona de carboxilação e a zona de hidrólise estão ambas contidas em um vaso reator único, e a solução de reação passa a partir da zona de carboxilação para a zona de hidrólise por passagem através de compartimentos no vaso reator. Um vaso reator único é preferido porque um sistema mais simples provavelmente terá um investimento menor. No entanto, o processo da invenção também pode ser realizado fora de um sistema, em que a zona de carboxilação ocorre em um primeiro vaso reator e a zona de hidrólise ocorre em um segundo vaso reator, e a solução de reação é fornecida a partir da zona de carboxilação para a zona de hidrólise por retirada da solução de reação a partir do primeiro vaso reator e suprimento da solução de reação para o segundo vaso reator.

[00028] Preferivelmente, água adicional é fornecida para a zona de hidrólise, o mais preferivelmente na forma de vapor ou água quente. Água adicional promove a reação de hidrólise, e é preferido que água quente seja fornecida porque a reação de hidrólise é endotérmica. Preferivelmente a razão molar da quantidade global de água fornecida a partir de fontes externas (isto é, não através de ciclos de reciclo) para tanto a zona de carboxilação como a zona de hidrólise para a quantidade de óxido de alquilenos fornecida a partir de fontes externas para a zona de carboxilação está entre 5:1 e 1:1, preferivelmente cerca de 1,8:1. Maiores quantidades de água não são preferidas devido à exigência de remoção de água aumentada (e custos associados).

[00029] O catalisador de carboxilação e catalisador de hidrólise são fornecidos para a zona de hidrólise como componentes da solução de reação. No entanto, em uma forma de realização da invenção, catalisador adicional é fornecido para a zona de hidrólise. O catalisador adicional é preferivelmente

catalisador de carboxilação e catalisador de hidrólise, e é o mais preferivelmente a mesma mistura de catalisador de carboxilação e catalisador de hidrólise como é fornecida para a zona de carboxilação. A adição da mistura de catalisador diretamente para a zona de hidrólise tem a vantagem de aumentar a concentração de catalisador de hidrólise na zona de hidrólise e ainda encorajar a reação de hidrólise.

[00030] Preferivelmente, gases são retirados de tanto a zona de carboxilação ou da zona de hidrólise para prover uma ventilação dos inertes. Por retirada de uma pequena proporção dos gases, é possível evitar o acúmulo de gases como oxigênio, metano e etileno. Os inertes são preferivelmente retirados do reator em um ponto onde a quantidade de óxido de alquilenos na fase de gás é baixa e onde os gases inertes são concentrados. Se a zona de carboxilação consiste de vários compartimentos, então é preferido posicionar a ventilação dos inertes no compartimento final da zona de carboxilação (isto é, o compartimento que está mais a jusante). Alternativamente, a ventilação dos inertes pode estar posicionada na zona de hidrólise. Porque alguma parte do dióxido de carbono será removida do sistema via uma ventilação dos inertes, é também preferido que o dióxido de carbono de complementação seja fornecido ou à zona de carboxilação ou à zona de hidrólise para completar a quantidade de dióxido de carbono que é removida.

[00031] Dióxido de carbono liberado pela reação de carbonato de alquilenos e água na zona de hidrólise é fornecido para a zona de carboxilação. Preferivelmente, o dióxido de carbono não passa através de um compressor de gás. O termo "compressor de gás" é usado para descrever um dispositivo mecânico que aumenta a pressão do gás por redução de seu volume, e inclui compressores centrífugos, compressores axiais, compressores alternados, compressores de parafusos rotativos e compressores de rolagem. Um ejedor não é um compressor de gás. Preferivelmente, a zona de carboxilação e a zona de hidrólise estão no mesmo vaso reator, e a fase de gás da zona de

carboxilação é separada da fase de gás da zona de hidrólise por uma chicana. Em uma realização, existe uma abertura na chicana, preferivelmente um tubo curto através da chicana, e dióxido de carbono é fornecido a partir da zona de hidrólise para a zona de carboxilação via a abertura na chicana. Em uma forma de realização alternativa, não existem aberturas na chicana e dióxido de carbono é fornecido a partir da zona de hidrólise para a zona de carboxilação via uma tubulação conectando a zona de hidrólise e a zona de carboxilação. Nesta forma de realização o dióxido de carbono pode ser submetido à troca de calor (preferivelmente resfriamento) antes de ser fornecido para a zona de carboxilação.

[00032] Existe preferivelmente um perfil de temperatura através do reator de modo que a temperatura aumenta da entrada até a saída e a temperatura na zona de hidrólise seja maior do que a temperatura na zona de carboxilação. Preferivelmente a temperatura na entrada do reator será de 80 a 20°C, o mais preferivelmente cerca de 100°C. Preferivelmente a temperatura na saída do reator será de 130 a 170°C, o mais preferivelmente cerca de 150°C. A pressão no reator é tipicamente de 0,1 a 3MPa, preferivelmente de 0,1 a 2MPa e o mais preferivelmente de 0,5 a 2MPa.

[00033] A solução de produto é retirada do reator. Preferivelmente o processo da invenção alcança mais do que 99% de conversão de óxido de alquilenos em alquilenos glicol, o mais preferivelmente mais do que 99,9%.

[00034] A corrente de produto é preferivelmente fornecida a um agente de desidratação para remover água. O agente de desidratação é preferivelmente uma ou mais colunas, incluindo uma coluna de vácuo, preferivelmente operando a uma pressão de menos que 0,05 MPa, mais preferivelmente menos do que 0,025 MPa e o mais preferivelmente cerca de 0,0125 MPa.

[00035] Preferivelmente os catalisadores de carboxilação e de hidrólise são separados da corrente de produto ao submeter a corrente de produto a uma

etapa de vaporização instantânea em um vaso de vaporização instantânea. A solução dos catalisadores de carboxilação e de hidrólise em alquilenoglicol é preferivelmente reciclada e fornecida para a zona de carboxilação. O vaso de vaporização instantânea está preferivelmente a uma pressão de 0,001 a 0,2MPa, preferivelmente de 0,005 a 0,1 MPa.

[00036] Após desidratação e remoção do catalisador, a corrente de produto é preferivelmente purificada para remover impurezas e prover uma corrente de produto de alquilenoglicol purificada.

[00037] Figura 1 mostra um vaso reator (1) contendo uma fase líquida (sombreada) e uma fase gasosa acima da fase líquida. O vaso reator é dividido em compartimentos por chicanas se estendendo descendentemente (2) e chicanas se estendendo ascendentemente (3). Óxido de etileno e água são fornecidos em (4) e a mistura de catalisadores de carboxilação e de hidrólise homogêneos é fornecida em (5) a um ciclo de reciclo (6) reciclando líquidos a partir de e do primeiro compartimento do reator. A mistura de catalisadores é reciclada de uma separação a jusante de catalisador a partir da mistura de produto (não mostrada). O ciclo de reciclo (6) consiste de uma saída para a retirada de líquidos do compartimento, uma bomba para bombear líquido em torno do ciclo e um trocador de calor para controlar a temperatura do líquido reciclado para o compartimento. Líquidos são reintroduzidos para o primeiro compartimento via ejetores (7), que arrasta para dentro gases a partir da fase vapor no primeiro compartimento. Uso dos ejetores assegura a mistura de dióxido de carbono (presente na fase vapor) com o óxido de etileno. Similares ciclos de reciclo e ejetores estão presentes para os segundo e terceiro compartimentos do vaso reator (1).

[00038] O catalisador (8) e o vapor (9) adicionais são fornecidos para o quarto compartimento do vaso reator (1). O catalisador fornecido em (8) é a mesma mistura de catalisadores homogêneos de carboxilação e de hidrólise como fornecidos para a zona de carboxilação em (5) e é também reciclada a

partir da separação a jusante de catalisador da mistura de produto (não mostrado). Inertes são ventilados (10) a partir do quarto compartimento do vaso reator (1). Dióxido de carbono é fornecido (11) para o compartimento final do vaso reator (1). Existem tubos curtos através das chicanas se estendendo descendentemente (2), de modo que gases possam passar entre os compartimentos diferentes no vaso reator (1).

[00039] Óxido de etileno reage com dióxido de carbono na presença de catalisador de carboxilação no primeiro, segundo e terceiro compartimentos do vaso reator (1) e estes foram essencialmente a zona de carboxilação no reator. A reação é promovida pela mistura de dióxido de carbono e óxido de etileno obtido pelo reciclo dos líquidos (6) e pelos ejetores (7). A temperatura da zona de carboxilação é controlada pelos trocadores de calor nos ciclos de reciclo (6). Porque a reação de carboxilação reação é exotérmica, o calor é removido pelos dois trocadores de calor nos ciclos de reciclo para o primeiro e segundo compartimentos. No entanto, uma menor carboxilação irá ocorrer no terceiro compartimento, de modo que o trocador de calor para um ciclo de reciclo para o terceiro compartimento irá acrescentar calor aos líquidos reciclados.

[00040] A adição de catalisador (8) e vapor (9) adicionais para o quarto compartimento promove a hidrólise de carbonato de etileno em etileno glicol no quarto, quinto e sexto compartimentos do vaso reator (1) e estes essencialmente formam a zona de hidrólise no reator. Dióxido de carbono é liberado pela reação de hidrólise, e o dióxido de carbono passa para a zona de carboxilação via os tubos curtos nas chicanas se estendendo descendentemente (2). Inertes são ventilados (10) a partir do quarto compartimento e dióxido de carbono é fornecido (11) para o sexto compartimento para completar o dióxido de carbono perdido via a ventilação de inertes.

[00041] A corrente de produto compreendendo etileno glicol, catalisador

de hidrólise e catalisador de carboxilação é retirada (12) do sexto compartimento do vaso reator (1).

[00042] O reator e processo mostrados na Figura 2 têm o mesmo número de componentes e aspectos que o reator e processo mostrados na Figura 1. No entanto, na Figura 2 a chicana se estendendo descendentemente entre o terceiro e o quarto compartimentos no vaso reator (1), isto é, a chicana se estendendo descendentemente entre a zona de carboxilação e a zona de hidrólise, não tem qualquer abertura acima da fase líquida através da qual o dióxido de carbono pode passar. Assim, dióxido de carbono produzido na zona de hidrólise não pode passar diretamente da fase de vapor da zona de hidrólise para a fase vapor da zona de carboxilação. Ao contrário, gases do quarto compartimento podem passar para o primeiro compartimento via o duto (13) conectando os primeiro e quarto compartimentos. Um trocador de calor resfriar os gases à medida que passam pelo duto (13) e qualquer água condensada pode ser removida (e fornecida para o quarto compartimento) em vez de ser passada para o primeiro compartimento. A ventilação de inertes (10) está localizada no terceiro compartimento do vaso reator (1).

[00043] O reator e processo mostrados na Figura 3 têm os mesmos componentes e aspectos que o reator e processo mostrados na Figura 2. No entanto, três tipos diferentes de ejetores (7) são mostrados no primeiro, segundo e terceiro compartimentos. O ejetor no primeiro compartimento do reator (1) é montado de modo que as entradas estejam fora do reator (1) e a saída está dentro do reator (1). O fluido motivo, compreendendo os reagentes líquidos, é fornecido pelo ciclo de reciclo (6). O fluido de sucção, gases incluindo dióxido de carbono, é provido do duto (13). Os gases podem ser fornecidos para o duto (13) a partir tanto do primeiro compartimento como do quarto compartimento do reator, e o suprimento é controlado por válvulas. A saída do ejetor no primeiro compartimento é diretamente na fase de líquido. Os ejetores no segundo compartimento do reator (1) são montados de modo

que estejam completamente dentro do reator. Os ejetores sugam para dentro os gases da fase vapor e os fluidos são ejetados na fase líquida. Os ejetores no terceiro compartimento do reator (1) são montados de modo que estejam completamente dentro do reator. Os ejetores sugam para dentro gases da fase vapor e os fluidos são ejetados para dentro da fase vapor. Cada tipo de ejetor alcança o objetivo de misturar dióxido de carbono com os reagentes líquidos. Esta figura mostra tipos de ejetores específicos em compartimentos específicos, mas formas de realização alternativas podem ser visadas em que diferentes tipos de ejetores são usados em compartimentos diferentes.

[00044] A invenção será agora descrita por referência aos exemplos que não se destinam a limitar a invenção. Os exemplos foram obtidos por uma simulação de computador (usando software de modelagem Aspen) do reator mostrado na figura 2. O reator foi simulado como seis reatores de tanque continuamente agitados (CSTRs) em series. A fase vapor do terceiro CSTR foi ventilada. A fase vapor dos últimos três CSTRs foi combinada com dióxido de carbono de complementação e alimentada para o primeiro CSTR, sem condensação de água intermediária. Todos os CSTRs foram operados a 2,0MPa (monométrico). A temperatura de reação foi aumentada em etapas de 100°C no primeiro CSTR a 150°C no último CSTR. O tempo de residência total do líquido foi selecionado de modo que a concentração do carbonato de etileno no efluente líquido do último CSTR foi menor do que 1 ppm em moles. O catalisador de carboxilação foi iodeto de potássio e o catalisador de hidrólise foi molibdato de potássio.

Exemplo 1

[00045] Óxido de etileno, dióxido de carbono de complemento, água, catalisador de carboxilação e catalisador de hidrólise foram alimentados para o primeiro CSTR em uma razão molar de 1.0:0,5:1,8:0,014:0,0029. Nenhuma outra adição de água ou adição de catalisador foi aplicada a qualquer um dos outros CSTRs. Seletividade para monoetileno glicol foi 99,2 %. As perdas de

óxido de etileno via a ventilação chegaram a 1,6 % de alimentação de óxido de etileno.

Exemplo 2

[00046] Óxido de etileno, dióxido de carbono de completo, água, catalisador de carboxilação e catalisador de hidrólise foram alimentados para o primeiro CSTR em uma razão molar de 1,0:0,5:1,5:0,014:0,0014. As mesmas quantidades de catalisador de carboxilação e catalisador de hidrólise e 20 % da quantidade de água alimentada para o primeiro CSTR foram também alimentados para o terceiro CSTR. Seletividade para monoetileno glicol foi 99,5 %. As perdas de óxido de etileno via a ventilação chegaram a 1,0 % da alimentação de óxido de etileno.

Exemplo 3

[00047] Óxido de etileno, dióxido de carbono de completo, água, catalisador de carboxilação e catalisador de hidrólise foram alimentados para o primeiro CSTR em uma razão molar de 1,0:0,5:1,0:0,014:0,0014. As mesmas quantidades de catalisador de carboxilação e catalisador de hidrólise alimentados para o primeiro CSTR foram também alimentados para o terceiro CSTR. Além disso, 80 % da quantidade de água alimentada para o primeiro CSTR foi também alimentada para o terceiro CSTR. Seletividade para monoetileno glicol foi de 99,8 %. As perdas de óxido de etileno via a ventilação chegaram a 0,2 % da alimentação de óxido de etileno.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a preparação de um alquilenol glicol a partir de óxido de alquilenol, caracterizado pelo fato de compreender etapas de:

(a) suprir óxido de alquilenol, água, um catalisador de carboxilação homogêneo e um catalisador de hidrólise homogêneo como reagentes líquidos para uma zona de carboxilação de um reator,

(b) usar um ou mais ejetores para misturar dióxido de carbono e os reagentes líquidos na zona de carboxilação de modo que óxido de alquilenol reaja com dióxido de carbono na presença de água para formar uma solução de reação compreendendo carbonato de alquilenol, água, o catalisador de carboxilação homogêneo e o catalisador de hidrólise homogêneo;

(c) suprir a solução de reação a partir da zona de carboxilação para uma zona de hidrólise de um reator, em que carbonato de alquilenol e água reagem para formar uma solução de produto compreendendo alquilenol glicol, o catalisador de carboxilação homogêneo e o catalisador de hidrólise homogêneo;

(d) suprir dióxido de carbono liberado pela reação de carbonato de alquilenol e água na zona de hidrólise para a zona de carboxilação; e

(e) retirar a solução de produto a partir da zona de hidrólise;

em que a zona de carboxilação e a zona de hidrólise estão contidas dentro de um vaso reator, o qual é dividido em compartimentos por uma série de primeiras chicanas internas e segundas chicanas internas alternantes, as quais proporcionam uma via sinuosa para os líquidos de reação através do reator, e em que a zona de carboxilação é separada da zona de hidrólise por uma chicana interna.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o vaso reator único é dividido em pelo menos quatro compartimentos por chicanas internas.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2,

caracterizado pelo fato de que o reator compreende pelo menos um ciclo de reciclo pelo qual reagentes líquidos são retirados a partir da zona de carboxilação e subsequentemente retornados para a zona de carboxilação.

4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que dióxido de carbono é fornecido a partir da zona de hidrólise para a zona de carboxilação sem passar através de um compressor a gás.

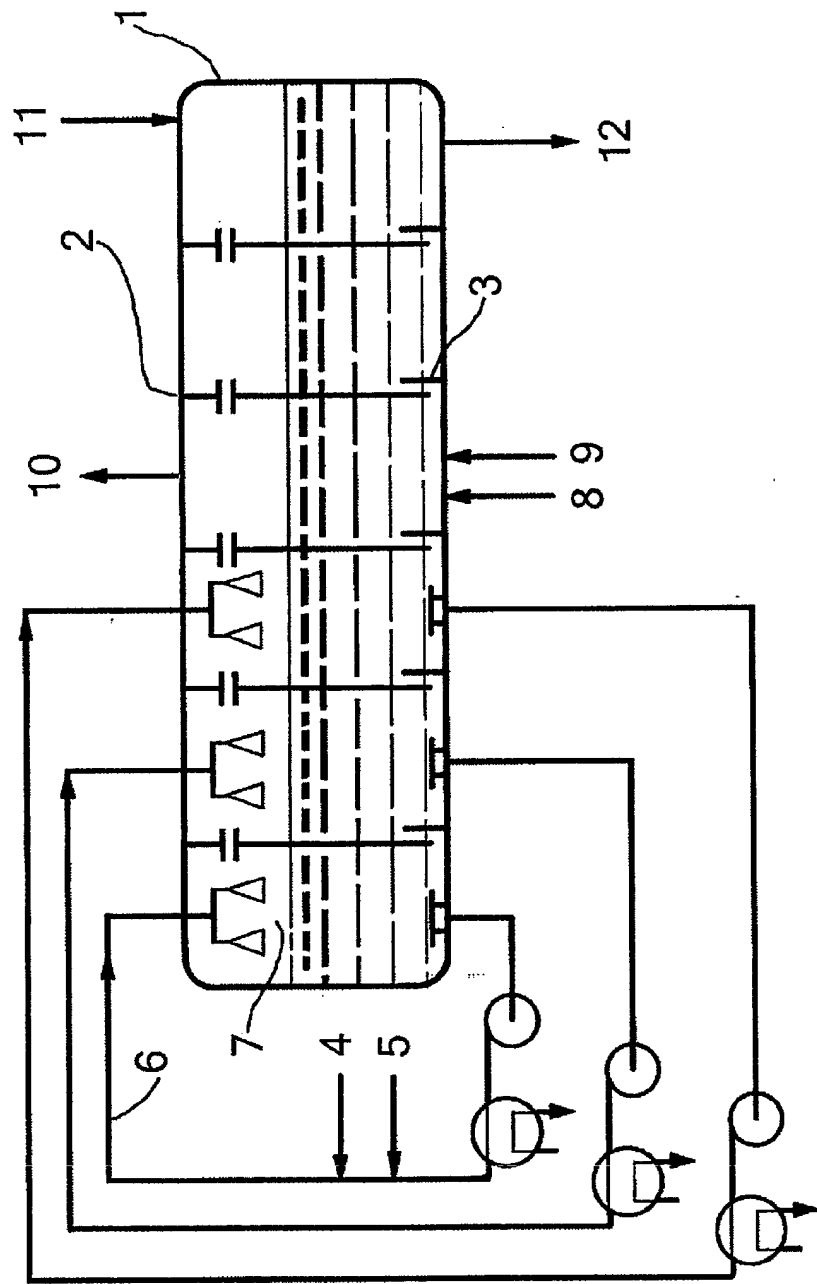
5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que a zona de hidrólise compreende uma ou mais entradas pelas quais vapor é fornecido para a zona de hidrólise, e a zona de hidrólise compreende uma ou mais entradas pelas quais catalisador de carboxilação e catalisador de hidrólise (além dos catalisadores fornecidos na solução de reação) são fornecidos para a zona de hidrólise.

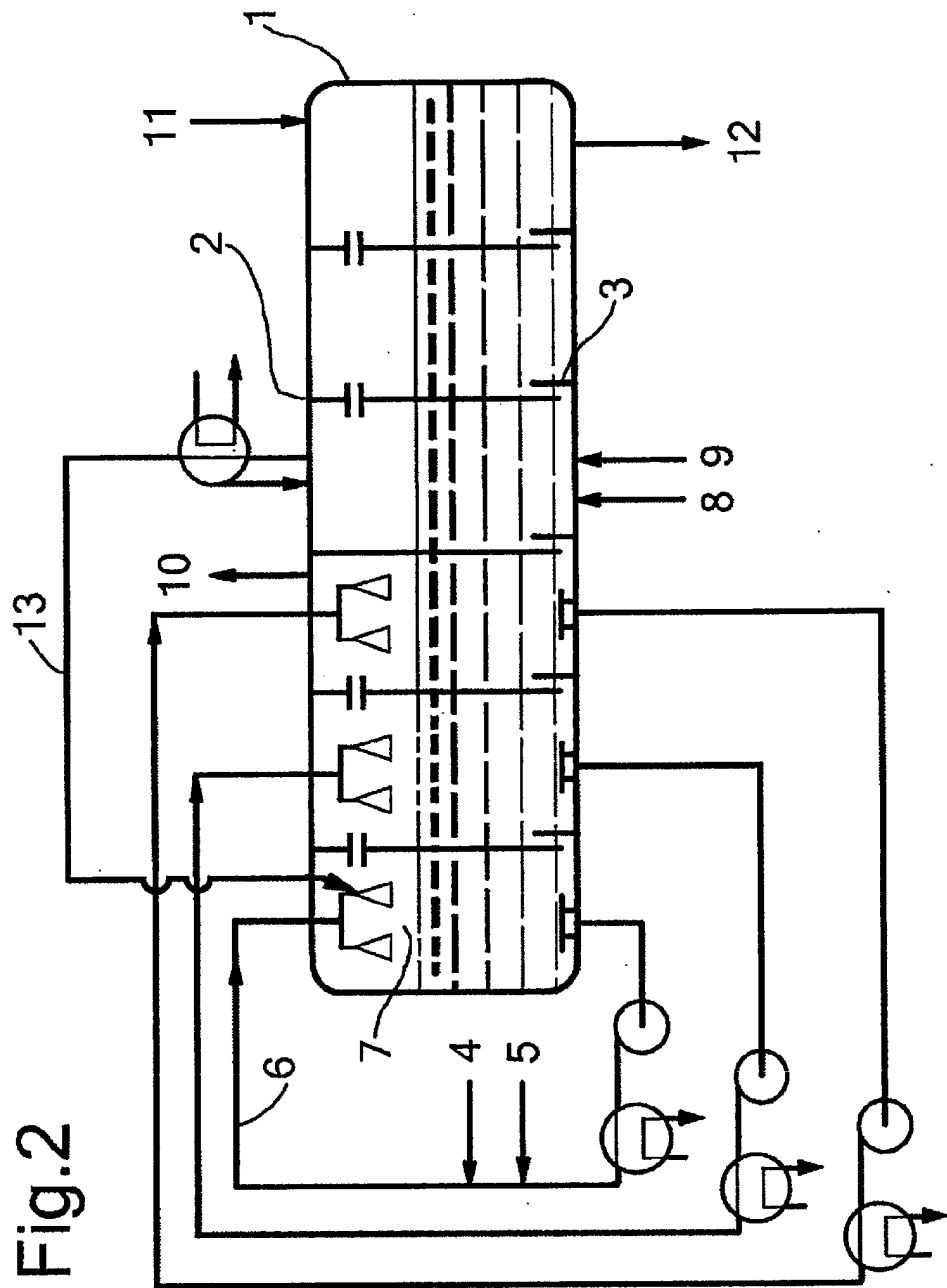
6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que ou a zona de carboxilação ou a zona de hidrólise tem uma ventilação de inertes pela qual os gases são retirados.

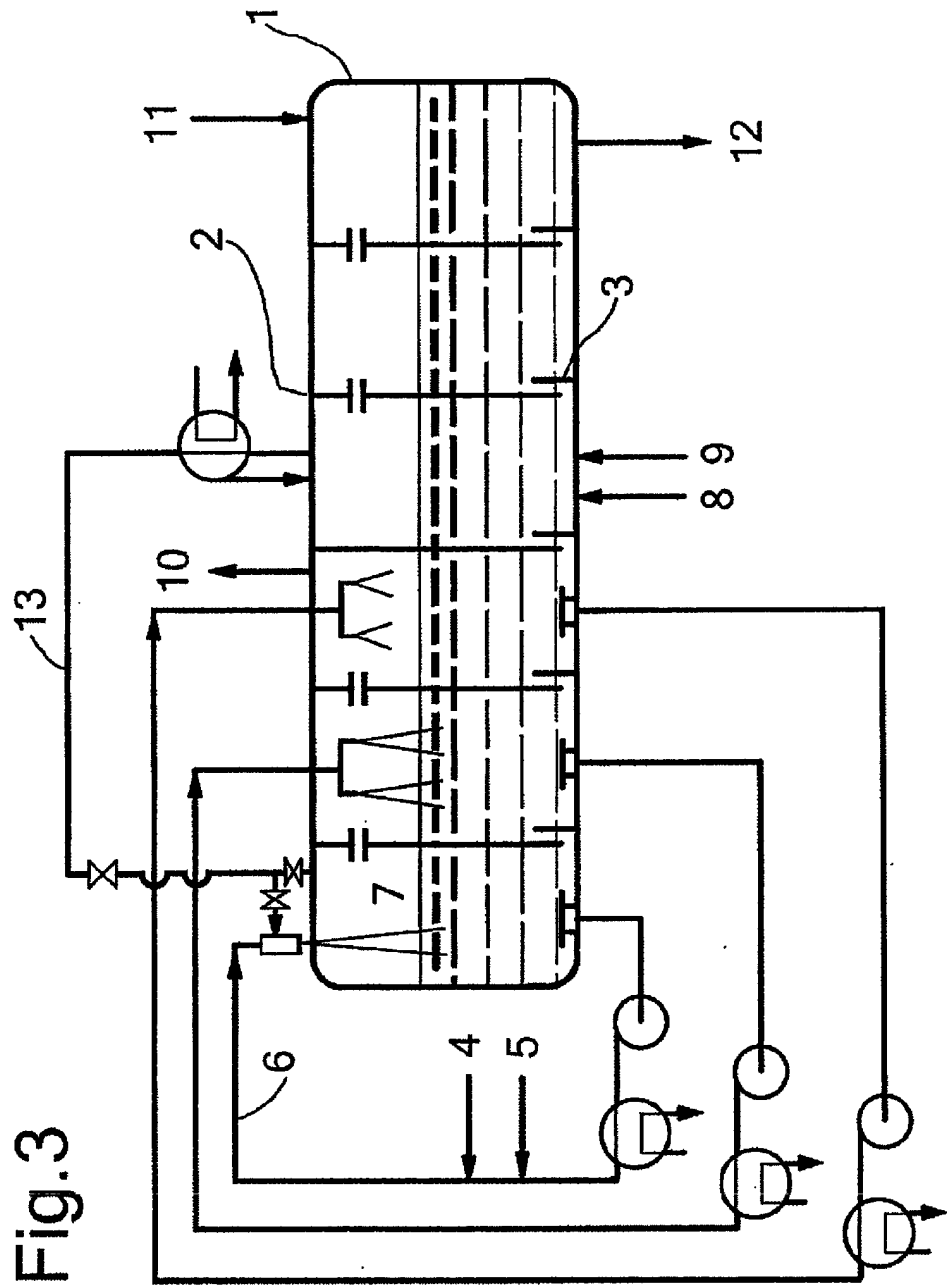
7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que dióxido de carbono é fornecido a partir da zona de hidrólise para a zona de carboxilação via uma abertura em uma chicana separando a fase de gás da zona de carboxilação da fase de gás da zona de hidrólise, ou em que dióxido de carbono é fornecido a partir da zona de hidrólise para a zona de carboxilação via tubulação externa conectando a zona de hidrólise e a zona de carboxilação.

8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que catalisadores de carboxilação e de hidrólise são separados da corrente de produto ao submeter a corrente de produto a uma etapa de vaporização instantânea em um vaso de vaporização instantânea e uma solução dos catalisadores de carboxilação e de hidrólise é reciclada e fornecida para a zona de carboxilação.

Fig. 1







RESUMO**“PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE UM ALQUILENO GLICOL A PARTIR DE ÓXIDO DE ALQUILENO”**

A invenção provê um processo e um reator para a preparação de um alquilenoglicol a partir de óxido de alquilenoglicol. Alquilenoglicol, água, um catalisador de carboxilação homogêneo e um catalisador de hidrólise homogêneo são fornecidos a um reator compreendendo uma zona de carboxilação e uma zona de hidrólise. Um ou mais ejetores são usados para misturar dióxido de carbono e os reagentes líquidos na zona de carboxilação de modo que óxido de alquilenoglicol reaja com dióxido de carbono na presença de água na zona de carboxilação para formar uma solução de reação compreendendo carbonato de alquilenoglicol, água, o catalisador de carboxilação homogêneo e o catalisador de hidrólise homogêneo. A solução de reação é fornecida a partir da zona de carboxilação para uma zona de hidrólise, em que carbonato de alquilenoglicol e água reagem para formar uma solução de produto compreendendo alquilenoglicol, o catalisador de carboxilação homogêneo e o catalisador de hidrólise homogêneo. Dióxido de carbono liberado pela reação de carbonato de alquilenoglicol e água na zona de hidrólise é fornecido para a zona de carboxilação. Solução de produto é retirada a partir da zona de hidrólise.