

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

(21) **PI0706576-0 A2**

(22) Data de Depósito: 19/01/2007
(43) Data da Publicação: 05/04/2011
(RPI 2100)



(51) *Int.Cl.:*

C07C 27/02
B01D 3/14
B01D 3/16
B01D 3/22
B01D 3/32
C07C 29/128
C07C 29/80
C07C 31/20
C07C 68/06
C07C 69/96
C07B 61/00

(54) Título: **PROCESSO INDUSTRIAL PARA A PRODUÇÃO DE UM DIOL, E, COLUNA DE DESTILAÇÃO CONTÍNUA DE ESTÁGIOS MÚLTIPLOS**

(30) Prioridade Unionista: 26/01/2006 JP 2006-017520

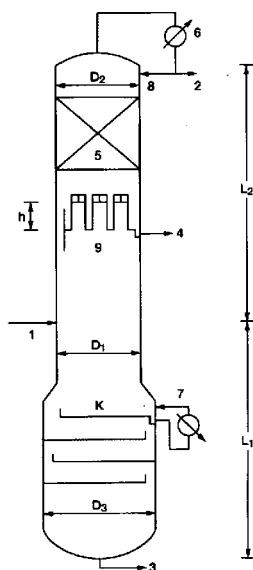
(73) Titular(es): Asahi Kasei Chemicals Corporation

(72) Inventor(es): Hironori Miyaji, Hiroshi Hachiya, Kazuhiko Matsuzaki, Shinsuke Fukuoka

(74) Procurador(es): Custódio De Almeida & Cia

(86) Pedido Internacional: PCT JP2007050810 de 19/01/2007

(87) Publicação Internacional: WO 2007/086326 de 02/08/2007



(57) **Resumo:** PROCESSO INDUSTRIAL PARA A PRODUÇÃO DE UM DIOL, E, COLUNA DE DESTILAÇÃO CONTÍNUA DE ESTÁGIOS MÚLTIPLOS. É um objeto da presente invenção prover um aparelho e processo específicos para produzir um diol tomando-se um carbonato cíclico e um álcool monodríco alifático como materiais de partida, continuamente alimentando os materiais de partida em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A em que está presente um catalisador, realizando a destilação reativa na coluna A, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição baixo A_T contendo um carbonato de dialquila produzido e o álcool monodríco alifático a partir de uma porção superior da coluna A em uma forma gasosa, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado AB contendo um diol produzido a partir de uma porção inferior da coluna A em uma forma líquida, continuamente alimentando a mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, destilando o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol contido na mistura de reação de ponto de ebulição elevado AB como um componente do topo de coluna C_T e um componente de fração lateral C_S de modo a obter um componente do fundo de coluna C_B , continuamente alimentando o componente do fundo de coluna C_B em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, e obtendo o diol como um componente de fração lateral Es a partir de uma saída de fração lateral da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C. Além disso, é um objeto prover, assim, um aparelho industrial e processo de produção industrial específicos que são baratos e, por exemplo, permitem que o diol seja produzido em uma quantidade de não menos que 1 tonelada/hora, preferivelmente não menos que 2 toneladas/hora, mais preferivelmente 3 toneladas/hora, de modo estável durante um período prolongado de tempo (por exemplo, não menos que 1000 h, preferivelmente não menos que 3000 horas, mais preferivelmente não menos que 5000 horas). De acordo com a presente invenção, os objetos acima podem ser atingidos por uso de uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tendo uma estrutura especificada, e retirando um componente líquido a partir da saída de fração lateral, que é instalada no fundo da uma bandeja de chaminé tendo uma estrutura especificada instalada em uma seção de enriquecimento da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C.



PI0706576-0

"PROCESSO INDUSTRIAL PARA A PRODUÇÃO DE UM DIOL, E,
COLUNA DE DESTILAÇÃO CONTÍNUA DE ESTÁGIOS MÚLTIPLOS"

Campo Técnico

A presente invenção refere-se a um processo para produzir um diol industrialmente em uma quantidade grande de modo estável durante um período prolongado de tempo por alimentação contínua de um carbonato cíclico e um álcool monoídrico alifático em uma coluna de destilação reativa, realizando um processo de destilação reativa, e obtendo uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado tendo o diol como o componente principal da mesma que é continuamente retirado do fundo da coluna de destilação reativa e, então, alimentando continuamente a mistura de reação de ponto de ebulição elevado em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos para separar o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol contido na mistura de reação de ponto de ebulição elevado, obtendo continuamente o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como o componente de topo da coluna e um componente de fração lateral, e obtendo continuamente o diol substancialmente não contendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como o componente de fundo da coluna.

Arte Antecedente

Um processo de destilação reativa para produzir um carbonato de dialquila e um diol através da reação entre um carbonato cíclico e um álcool monoídrico alifático foi primeiro descrito pelos presentes inventores (ver documento de patente 1: pedido de patente japonesa acessível ao público 4-198141, documento de patente 2: pedido de patente japonesa acessível ao público 4-230242, documento de patente 3: pedido de patente japonesa acessível ao público 9-176061, documento de patente 4: pedido de patente japonesa acessível ao público 9-183744, documento de patente 5: pedido de

patente japonesa acessível ao público 9-194435, documento de patente 6: publicação internacional WO97/23445 (correspondendo a patente europeia 0889025, e patente US 5847189), documento de patente 7: publicação internacional WO99/64382 (correspondendo a patente europeia 1086940, e
5 patente US 6346638), documento de patente 8: publicação internacional WO00/51954 (correspondendo a patente europeia 1174406, e patente US 6479689), documento de patente 9: pedido de patente japonesa acessível ao público 2002-308804, documento de patente 10: pedido de patente japonesa acessível ao público 2004-131394), e pedidos de patente, em que o sistema de
10 destilação reativa é usado, foram subsequentemente também depositados por outras empresas (ver documento de patente 11: pedido de patente japonesa acessível ao público 5-213830 (correspondendo a patente europeia 0530615, e patente US 5231212), documento de patente 12: pedido de patente japonesa acessível ao público 6-9507 (correspondendo a patente europeia 0569812, e
15 patente US 5359118), documento de patente 13: pedido de patente japonesa acessível ao público 2003-119168 correspondendo à publicação internacional WO03/006418), documento de patente 14: pedido de patente japonesa acessível ao público 2003-300936, documento de patente 15: pedido de patente japonesa acessível ao público 2003-342209). No caso de usar um
20 sistema de destilação reativa para esta reação, a reação pode ser levada a prosseguir com uma conversão elevada. No entanto, os processos de destilação reativa propostos até agora foram relacionados com a produção de carbonato de dialquila e o diol ou em quantidades pequenas ou durante um período curto de tempo, e não estavam relacionados com a realização da
25 produção em uma escala industrial de modo estável durante um período prolongado de tempo. Isto é, estes processos não atingiram o objeto de produzir um diol continuamente em uma quantidade grande (por exemplo, não menor do que 1 tonelada/h) de modo estável durante um período

prolongado de tempo (por exemplo, não menos que 1000 h, preferivelmente não menos que 3000 h, mais preferivelmente não menos que 5000 horas).

Por exemplo, os valores máximos da altura (H:cm), diâmetro (D:cm) e número de estágios (n) da coluna de destilação reativa, a quantidade produzida P (kg/h) de etileno glicol, e o tempo de produção contínuo T (h) em exemplos descritos para a produção de carbonato de dimetila (DMC) e etileno glicol (EG) a partir de carbonato de etileno e metanol são como descritos na tabela 1.

TABELA 1

Doc. de patente	H : cm	D : cm	Estágios no.: n	P : kg/h	T : h
1	100	2	30	0,073	400
4	160	5	40	0,213	Nota 5
5	160	5	40	0,358	Nota 5
7	200	4	coluna recheio (Dixon)	0,528	Nota 5
8	Nota 1	5	60	0,140	Nota 5
9	Nota 1	5	60	0,161	Nota 5
10	Nota 1	5	60	0,161	Nota 5
11	250	3	coluna recheio (Raschig)	0,154	Nota 5
12	Nota 2	Nota 2	Nota 2	0,256	Nota 5
13	Nota 3	Nota 3	42	Nota 4	Nota 5
14	Nota 3	Nota 3	30	2490	Nota 5
15	200	15	coluna de recheio (BX)	19	Nota 5

Nota 1: coluna de destilação Oldershaw

Nota 2: nenhuma descrição qualquer que seja definindo a coluna de destilação.

Nota 3: a única descrição definindo coluna de destilação é sobre o número de estágios.

Nota 4: nenhuma descrição qualquer que seja sobre a quantidade produzida.

Nota 5: nenhuma descrição qualquer que seja com relação a uma produção estável durante um período prolongado de tempo.

No documento de patente 14 (pedido de patente japonesa

acessível ao público 2003-300936) afirma-se, no parágrafo 0060, que “O presente exemplo usa o mesmo fluxo de processo como para o modo preferido mostrado na FIG. 1 descrito acima, e foi realizado com o objetivo de operar um aparelho em escala comercial para produzir carbonato de dimetila e etileno glicol através de transesterificação por uma reação de conversão catalítica entre carbonato de etileno e metanol. Nota-se que os seguintes valores numéricos no presente exemplo podem ser adequadamente usados na operação de um aparelho real”, e, como este exemplo, afirma-se que 2490 kg/h de etileno glicol foram especificamente produzidos. A escala descrita neste exemplo corresponde a uma produção anual de acima de 30.000 ou mais toneladas de carbonato de dimetila, assim, isto implica que a operação da planta comercial na maior escala no mundo usando este processo foi realizada por ocasião do depósito do pedido de patente para documento de patente 14 (pedido de patente japonesa acessível ao público 2003-300936) (9 de abril de 2002). No entanto, mesmo por ocasião do depósito do presente pedido, não se notava o fato acima de todo. Além disso, no exemplo de documento de patente 14 (pedido de patente japonesa acessível ao público 2003-300936), exatamente o mesmo valor que o valor teoricamente calculado é descrito para a quantidade de carbonato de dimetila produzida, mas o rendimento para etileno glicol é de aproximadamente 85,6%, e a seletividade é de aproximadamente 88,4% e, assim, não se pode afirmar realmente que foram alcançados um alto rendimento e uma seletividade elevada. Em particular, a baixa seletividade indica que este processo tem um inconveniente fatal como um processo de produção industrial. (Nota-se também que o documento de patente 14 (pedido de patente japonesa acessível ao público 2003-300936) foi considerado como tendo sido desistido em 26 de julho de 2005 devido ao exame não ter sido requerido).

Com este processo de destilação reativa, existem muitas causas

de flutuação como variação da composição devido à reação e à variação de composição devido à destilação na coluna de destilação, e variação de temperatura e variação de pressão na coluna e, assim, a continuação de uma operação estável durante um período longo de tempo é com frequência
5 acompanhada por muitas dificuldades, e em particular estas dificuldades são ainda aumentadas no caso de manipulação de quantidades grande. Para continuar a produção em massa de um carbonato de dialquila e de um diol usando o método de destilação reativa de modo estável durante um período prolongado de tempo enquanto mantendo altos rendimentos e seletividades
10 elevadas e, assim, produzir um diol, o processo deve ser projetado de modo inteligente. No entanto, a única descrição de produção estável contínua durante um período prolongado de tempo com o processo de destilação reativa proposto até agora foi de 200 a 400 horas feita no documento de patente 1 (pedido de patente japonesa acessível ao público 4-198141) e
15 documento de patente 2 (pedido de patente japonesa acessível ao público 4-230243).

Os presentes inventores propuseram um processo de destilação reativa industrial que permite que um carbonato de dialquila e um diol seja produzidos em massa continuamente e de modo estável durante um período
20 prolongado de tempo com alto rendimento e alta seletividade mas, além disso, um processo permitindo que um diol fosse separado e purificado em uma quantidade grande de modo estável durante um período prolongado de tempo a partir de uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado continuamente retirada em uma quantidade grande a partir de uma porção inferior da coluna
25 de destilação é também requerido, um processo para produzir uma quantidade grande de um diol com um alto rendimento tendo sido procurado. A presente invenção foi projetada para alcançar este objetivo.

Como mostrado na tabela 1, com a exceção do documento de

patente 14 (pedido de patente japonesa acessível ao público 2003-300936), a quantidade do diol produzido por hora usando os processos de destilação reativa propostos até agora tem sido uma quantidade pequena. Além disso, com o processo do documento de patente 14 (pedido de patente japonesa
5 acessível ao público 2003-300936), afirma-se que aproximadamente 2490 kg/h de etileno glicol contendo aproximadamente 130 kg/h de carbonato de etileno não reagido e aproximadamente 226 kg/h de carbonato de di-hidroxietila foram obtidos como um componente de fundo de coluna a partir de uma coluna de destilação de quatro etapas. No entanto, esta é apenas uma
10 descrição da composição da mistura de reação, não se encontrando qualquer que seja descrição de produção de um diol.

Como um processo para produzir um diol de pureza relativamente elevada usando destilação reativa e uma coluna de purificação de diol, um processo é conhecido em que o diol é obtido a partir de uma
15 fração lateral da coluna de purificação de diol. Por exemplo, no exemplo (figura 5) no documento de patente 12 (pedido de patente japonesa acessível ao público 6-9507 (correspondendo a patente européia 0569812, e patente US 5359118)), uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado retirada a partir de uma porção inferior de uma coluna de destilação reativa é alimentada
20 em um evaporador de película fina (III), o material de ponto de ebulição alto obtido a partir daí é alimentado em um evaporador de película fina (IV), o material evaporado de ponto de ebulição baixo, obtido a partir daí, é alimentado dentro de uma coluna de destilação (VII) e etileno glicol é obtido como um componente de fração lateral 22 a partir da porção de concentração
25 da coluna de destilação (VII) e, então, a purificação é ainda realizada usando um purificador (IX), assim etileno glicol é produzido em uma quantidade de 255 g/h. Isto é, no processo do documento de patente 12 (pedido de patente japonesa acessível ao público 6-9507 (correspondendo a patente européia

0569812, e patente US 535918), etileno glicol não é obtido a partir da mistura de reação de ponto de ebulição elevado até quatro aparelhos de purificação serem usados. Além disso, o processo do documento de patente 12 (pedido de patente japonesa acessível ao público 6-9507 (correspondendo a patente europeia 0569812, e patente US 5359118)) é um processo em que uma
5 quantidade pequena de etileno glicol é produzida, não se encontrando sugestões quaisquer que sejam com relação a um processo para produzir uma quantidade grande (por exemplo não menor que 1 tonelada/h) de um diol de modo estável durante um período prolongado de tempo (por exemplo não
10 menor que 5000 horas).

Além disso, por exemplo, no exemplo 1 (figura 5) no documento de patente 15 (pedido de patente japonesa acessível ao público 2003-342209), uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado retirada a partir de uma porção inferior de uma coluna de destilação reativa é alimentada em uma
15 segunda coluna de destilação 4, o material de ponto de ebulição elevado obtido a partir daí é alimentado em um reator de hidrólise 7, a mistura de reação obtida a partir daí é alimentada em um tanque de descarboxilação (separador gás-líquido 8), um componente líquido obtido daí é alimentado em uma terceira coluna de destilação 10, e etileno glicol é produzido em uma
20 quantidade de 19 kg/h como um componente de fração lateral a partir de uma seção de extração da terceira coluna de destilação 10. No entanto, com o processo do documento de patente 15 (pedido de patente japonesa acessível ao público 2003-342209), o etileno glicol obtido contém 0,2 % em peso de dietileno glicol. Para obter etileno glicol como requerido como um material de
25 partida para uma fibra PET ou uma resina PET usando o processo do documento de patente 15 (pedido de patente japonesa acessível ao público 2003-342209), pelo menos um outro aparelho de purificação é assim requerido. Isto é, com o processo do documento de patente 15 (pedido de

patente japonesa acessível ao público 2003-342209), etileno glicol é obtido a partir de uma saída de fração lateral instalada na seção de extração, que está abaixo de uma entrada para a alimentação na coluna de destilação, mas a pureza do etileno glicol é insuficiente e, além disso, o processo do documento de patente 15 (pedido de patente japonesa acessível ao público 2003-342209) é um processo em que uma quantidade pequena de etileno glicol é produzida, não se notando sugestões quaisquer que sejam com relação a um processo para produzir uma quantidade grande (por exemplo não menor que 1 tonelada/h) de um diol de modo estável durante um período prolongado de tempo (por exemplo, não menor que 5000 horas).

Além disso, por exemplo, no exemplo 10 (figura 6) no documento de patente 8 (publicação internacional WO00/51954 (correspondendo a patente europeia 1174406, e patente US 6479689)), e exemplo 1 (figura 1) no documento de patente 9 (pedido de patente japonesa acessível ao público 2002-308804), etileno glicol é obtido a partir de uma saída de fração lateral instalada em uma seção de enriquecimento de uma coluna de purificação de EG 41, que está acima de uma entrada para alimentação na coluna mas, em cada caso, a quantidade produzida é uma quantidade pequena de menos que 200 g/h, não se encontrando quaisquer que sejam sugestões com relação a um processo para produzir uma quantidade grande (por exemplo, não menor que 1 tonelada/hora) de um diol de modo estável durante um período prolongado de tempo (por exemplo não menor que 5000 horas).

Aproximadamente 16 milhões de toneladas por ano (2004) de etileno glicol são produzidas no mundo todo, mas até agora isto tem ocorrido através de um método de hidratação em que água é adicionada ao óxido de etileno. No entanto, como mostrado pela declaração "Produção de EG (etileno glicol) ocorre por uma reação de hidratação de EO (óxido de etileno), a reação

geralmente sendo realizada a 150 a 200°C. Neste momento, não somente é a substância alvo MEG (monoetileno glicol) produzida, mas além disso DEG (dietileno glicol) e TEG (trietileno glicol) são também sub-produzidos. As proporções destes produtos dependem da relação água/EO, e para obter MEG com uma seletividade de aproximadamente 90%, a relação água/EO deve ser levada a ser de aproximadamente 20 como uma relação molar. Uma quantidade grande de água deve ser, assim, destilada em uma etapa de purificação de EG, e uma quantidade grande de energia térmica é assim consumida. Com relação à síntese de EG a partir de EO, não é um exagero afirmar que este é um processo imperfeito do ponto de vista da eficiência de energia." encontrada no documento não patente 1 (Japan Petroleum Institute (ed.), "Sekiyu-kagaku Purosesu" ("Petrochemical Processes"), páginas 120 a 125, Kodansha, 2001), este processo de produção industrial tem grandes inconvenientes tanto da perspectiva do rendimento como da seletividade de etileno glicol, e a perspectiva de economia de energia.

Descrição da Invenção

Problemas a Serem Resolvidos pela Invenção

É um objeto da presente invenção prover um aparelho e processo específicos para produzir um diol tomando-se um carbonato cíclico e um álcool monoídrico alifático como os materiais de partida, alimentando continuamente os materiais de partida em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A em que está presente um catalisador, realizando a destilação reativa na coluna A, retirando continuamente uma mistura de reação de ponto de ebulição baixo A_T contendo um carbonato de dialquila produzido e o álcool monoídrico alifático a partir de uma porção superior da coluna A em uma forma gasosa, retirando continuamente uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B contendo um diol produzido a partir de uma porção inferior da coluna A em uma forma líquida, então alimentando

continuamente a mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C para separar o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol contido na mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B , obtendo continuamente o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente de topo da coluna C_T e/ou um componente de fração lateral C_S , e obtendo continuamente o diol substancialmente não contendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente de fundo da coluna C_B . Além disso, é um objeto prover, assim, um aparelho industrial específico e um processo de produção industrial que são baratos e, por exemplo, permitem que o diol seja produzido em uma quantidade de não menos que 1 tonelada/h de modo estável durante um período prolongado de tempo (por exemplo, não menos que 1.000 h, preferivelmente não menos que 3.000 h, mais preferivelmente não menos que 5.000 h).

Meios para resolver os problemas

Isto é, de acordo com o primeiro aspecto da presente invenção, provê-se:

1. em um processo industrial para a produção de um diol em que um diol é produzido tomando-se um carbonato cíclico e um álcool monoídrico alifático como materiais de partida, continuamente alimentando os materiais de partida em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A em que está presente um catalisador, realizando a destilação reativa na referida coluna A, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição baixo A_T contendo um carbonato de dialquila produzido e o referido álcool monoídrico alifático a partir de uma porção superior da coluna A em uma forma gasosa, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B contendo um diol produzido a partir de uma porção inferior da coluna A em uma forma líquida, então

continuamente alimentando referida mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C para separar material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol contido na referida mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B ,
 5 continuamente obtendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente do topo de coluna C_T e um componente de fração lateral C_S , e continuamente obtendo o diol substancialmente não contendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente do fundo de coluna C_B , em que o aperfeiçoamento
 10 compreende:

(a) referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C compreende uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos compreendendo uma seção de extração tendo um comprimento L_1 (cm), um diâmetro interno D_1 (cm) e um interno com um número de estágios n_1 dentro
 15 da mesma, e uma seção de enriquecimento tendo um comprimento L_2 (cm), um diâmetro interno D_2 (cm) e um interno com um número de estágios n_2 dentro da mesma, em que L_1 , D_1 , n_1 , L_2 , D_2 , e n_2 atendem às seguintes fórmulas (1) a (9):

$$300 \leq L_1 \leq 3000 \quad (1)$$

$$50 \leq D_1 \leq 700 \quad (2)$$

$$3 \leq L_1 / D_1 \leq 30 \quad (3)$$

$$3 \leq n_1 \leq 30 \quad (4)$$

$$1000 \leq L_2 \leq 5000 \quad (5)$$

$$50 \leq D_2 \leq 500 \quad (6)$$

$$10 \leq L_2 / D_2 \leq 50 \quad (7)$$

$$20 \leq n_2 \leq 100 \quad (8) \text{ e}$$

$$D_2 \leq D_1 \quad (9);$$

(b) a seção de enriquecimento da referida coluna de destilação

contínua de estágios múltiplos C tem pelo menos uma bandeja de chaminé instalada na mesma como um interno, referida bandeja de chaminé tendo instalado na mesma uma ou mais chaminés tendo, cada, uma abertura tendo uma área de seção transversal S (cm²) atendendo à fórmula (10):

$$200 \leq S \leq 1000 \quad (10),$$

e cada uma das chaminés sendo tal que uma altura h (cm) da referida abertura da referida chaminé para uma saída de gás da referida chaminé atende à fórmula (11):

$$10 \leq h \leq 80 \quad (11); e$$

(c) uma saída de fração lateral é conectada a uma porção de coleta de líquido da referida bandeja de chaminé da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C,

2. o processo de acordo com o item 1, em que uma quantidade produzida do diol não é menor do que 1 tonelada/h,

3. o processo de acordo com o item 1 ou 2, em que uma pluralidade (n_3 estágios) de bandejas K são ainda providas em uma porção inferior dos internos em uma porção mais inferior da seção de extração que está em uma porção inferior da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, um líquido é continuamente retirado de um estágio mais superior das referidas bandejas K, e após conferir o calor requerido para destilação em um refulvedor, o líquido aquecido é retornado à coluna de destilação C a partir de uma abertura de alimentação provida entre o estágio mais superior das bandejas K e o interno na porção mais inferior da seção de extração, enquanto um resto do líquido é alimentado em uma bandeja inferior em seqüência,

4. o processo de acordo com o item 3, em que cada uma das bandejas K é uma bandeja de anteparo,

5. o processo de acordo com os itens 3 ou 4, em que um diâmetro

interno D_3 da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C onde as bandejas K estão presentes atende a $D_1 \leq D_3$,

6. o processo de acordo com qualquer um dos itens 3 a 5, em que $L_1, D_1, L_1 / D_1, n_1, L_2, D_2, L_2 / D_2, n_2$ e n_3 para a referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C atendem respectivamente $500 \leq L_1 \leq 2000$, $70 \leq D_1 \leq 500$, $5 \leq L_1 / D_1 \leq 20$, $5 \leq n_1 \leq 20$, $1500 \leq L_2 \leq 4000$, $70 \leq D_2 \leq 400$, $15 \leq L_2 / D_2 \leq 40$, $30 \leq n_2 \leq 90$, e $3 \leq n_3 \leq 20$,

7. o processo de acordo com qualquer um dos itens 1 a 6, em que o interno na seção de extração da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C e o interno excluindo a bandeja de chaminé na seção de enriquecimento são bandejas e/ou recheios,

8. o processo de acordo com o item 7, em que o interno na seção de extração da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C é a bandeja, e o interno excluindo a bandeja de chaminé na seção de enriquecimento são bandejas e/ou recheios estruturados,

9. o processo de acordo com o item 7 ou 8, em que referida bandeja é uma bandeja perfurada,

10. o processo de acordo com o item 9, em que referida bandeja perfurada tem 100 a 1000 orifícios / m^2 em uma porção perfurada da mesma, e uma área de seção transversal por orifício em uma faixa de 0,5 a 5 cm^2 ,

11. o processo de acordo com o item 9 ou 10, em que uma relação de abertura (uma relação de uma área de seção transversal total do orifício em um estágio de bandeja para uma área da bandeja) da referida bandeja perfurada na seção de enriquecimento da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C está em uma faixa de 2 a 15%,

12. o processo de acordo com qualquer um dos itens 9 a 11, em que uma relação de abertura (uma relação de uma área de seção transversal total do orifício em um estágio de bandeja em uma área da bandeja) da

referida bandeja perfurada na seção de enriquecimento da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C está em uma faixa de 1,5 a 12%,

13. o processo de acordo com qualquer um dos itens 1 a 12, em que uma relação de abertura (uma relação de uma área de seção transversal total da abertura na chaminé para uma área da bandeja de chaminé incluindo uma área de seção transversal total da abertura) da referida bandeja de chaminé está em uma faixa de 10 a 40%,

14. o processo de acordo com qualquer um dos itens 1 a 13, em que referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tem um temperatura de fundo de coluna em uma faixa de 150 a 250°C,

15. o processo de acordo com qualquer um dos itens 1 a 14, em que referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tem uma pressão de topo de coluna em uma faixa de 50.000 a 30.0000 Pa,

16. o processo de acordo com qualquer um dos itens 1 a 15, em que a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tem uma relação de refluxo em uma faixa de 0,3 a 5,

17. o processo de acordo com qualquer um dos itens 1 a 16, em que um teor do diol no referido componente de topo de coluna C_T não é maior do que 100 ppm,

18. o processo de acordo com qualquer um dos itens 1 a 17, em que um teor do diol no referido componente de fração lateral C_S não é maior do que 0,5% do diol alimentado na referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C.

Além disso, de acordo com o segundo aspecto da presente invenção, provê-se:

19. uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos sendo uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C para produzir um diol tomando-se um carbonato cíclico e um álcool monoídrico

alifático como materiais de partida, continuamente alimentando os materiais de partida em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A em que está presente um catalisador, realizando a destilação reativa na referida coluna A, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição baixo A_T contendo um carbonato de dialquila produzido e o álcool monoídrico alifático a partir de uma porção superior da coluna A em uma forma gasosa, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B contendo um diol produzido a partir de uma porção inferior da coluna A em uma forma líquida, então continuamente alimentando a referida mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C para separar material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol contido na referida mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B , continuamente obtendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente do topo de coluna C_T e um componente de fração lateral C_S , e continuamente obtendo o diol substancialmente não contendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente do fundo de coluna C_B , em que o aperfeiçoamento compreende:

(a) referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C compreende uma coluna de destilação compreendendo uma seção de extração tendo um comprimento L_1 (cm), um diâmetro interno D_1 (cm) e um interno com um número de estágios n_1 dentro da mesma, e uma seção de enriquecimento tendo um comprimento L_2 (cm), um diâmetro interno D_2 (cm) e um interno com um número de estágios n_2 dentro da mesma, em que L_1 , D_1 , n_1 , L_2 , D_2 , e n_2 atendem às seguintes fórmulas (1) a (9):

$$300 \leq L_1 \leq 3000 \quad (1)$$

$$50 \leq D_1 \leq 700 \quad (2)$$

$$3 \leq L_1 / D_1 \leq 30 \quad (3)$$

$$3 \leq n_1 \leq 30 \quad (4)$$

$$1000 \leq L_2 \leq 5000 \quad (5)$$

$$50 \leq D_2 \leq 500 \quad (6)$$

$$10 \leq L_2 / D_2 \leq 50 \quad (7)$$

$$5 \quad 20 \leq n_2 \leq 100 \quad (8) \text{ e}$$

$$D_2 \leq D_1 \quad (9);$$

(b) a seção de enriquecimento da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tem pelo menos uma bandeja de chaminé instalada na mesma como um interno, a bandeja de chaminé tendo instalado na mesma uma ou mais chaminés cada tendo uma abertura tendo uma área de seção transversal $S \text{ (cm}^2\text{)}$ atendendo à fórmula (10):

$$200 \leq S \leq 1000 \quad (10),$$

e cada uma das chaminés sendo de modo que uma altura $h \text{ (cm)}$ da referida abertura da referida chaminé para uma saída de gás da referida chaminé atende à fórmula (11):

$$10 \leq h \leq 80 \quad (11); \text{ e}$$

(c) uma saída de fração lateral é conectada a uma porção de coleta de líquido da referida bandeja de chaminé da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C,

20. a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com o item 19, em que uma pluralidade (n_3 estágios) de bandejas K são ainda providas em uma porção inferior dos internos em uma porção mais inferior da seção de extração que está em uma porção inferior da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, um líquido é continuamente retirado de um estágio mais superior das bandejas K, e após conferir o calor requerido para destilação em um refeedor, o líquido aquecido é retornado à coluna de destilação C a partir de uma abertura de alimentação provida entre o estágio mais superior das bandejas K e o interno

na porção mais inferior da seção de extração, enquanto um resto do líquido é alimentado em uma bandeja inferior em seqüência,

5 21. a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com o item 20, em que cada uma das bandejas K é uma bandeja de anteparo,

22. a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com o item 20 ou 21, em que um diâmetro interno D_3 da referida coluna onde as bandejas K estão presentes atende a $D_1 \leq D_3$,

10 23. a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com qualquer um dos itens 19 a 22, em que L_1 , D_1 , L_1 / D_1 , n_1 , L_2 , D_2 , L_2 / D_2 , n_2 , e n_3 atendem respectivamente a $500 \leq L_1 \leq 2000$, $70 \leq D_1 \leq 500$, $5 \leq L_1 / D_1 \leq 20$, $5 \leq n_1 \leq 20$, $1500 \leq L_2 \leq 4000$, $70 \leq D_2 \leq 400$, $15 \leq L_2 / D_2 \leq 40$, $30 \leq n_2 \leq 90$, e $3 \leq n_3 \leq 20$,

15 24. a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com qualquer um dos itens 19 a 23, em que o interno na seção de extração da seção de extração e o interno excluindo a bandeja de chaminé na seção de enriquecimento são bandejas e/ou recheios,

20 25. a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com o item 24, em que o interno na seção de extração é uma bandeja, e o interno excluindo a bandeja de chaminé na seção de enriquecimento é uma bandeja e/ou um recheio estruturado,

26. a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com o item 24 ou 25, em que a referida bandeja é uma bandeja perfurada,

25 27. a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com o item 26, em que referida bandeja perfurada tem de 100 a 1000 orifícios / m^2 em uma porção perfurada da mesma, e uma área de seção transversal por orifício em uma faixa de 0,5 a 5 cm^2 ,

28. a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com o item 26 ou 27, em que uma relação de abertura (uma relação de uma área de seção transversal total do orifício em um estágio de bandeja para uma área da bandeja) da referida bandeja perfurada na seção de extração está em uma faixa de 2 a 15%,

29. a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com qualquer um dos itens 26 a 28, em que uma relação de abertura (uma relação de uma área de seção transversal total do orifício em um estágio de bandeja para uma área da bandeja) das referidas bandejas perfuradas na seção de enriquecimento está em uma faixa de 1,5 a 12%,

30. a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com qualquer um dos itens 19 a 29, em que uma relação de abertura (uma relação de uma área de seção transversal total de abertura nas chaminés para uma área da bandeja de chaminé incluindo uma área de seção transversal total de abertura) da referida bandeja de chaminé está na faixa de 10 a 40%.

Efeitos Vantajosos da Invenção

De acordo com o aparelho e processo específicos proporcionados pela presente invenção, provê-se um aparelho industrial e um processo de produção industrial que são baratos e permitem que seja produzido um diol, substancialmente não contendo material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol, a partir de um carbonato cíclico e um álcool monoídrico alifático, com um alto rendimento (por exemplo, geralmente não menor que 97%, preferivelmente não menor que 98%, mais preferivelmente não menor que 99%, com base no carbonato cíclico usado) em uma escala industrial de não menos que 1 tonelada/h, preferivelmente não menos que 2 toneladas/h, mais preferivelmente não menos que 3 toneladas/h, de modo estável durante um período prolongado de tempo de, por exemplo, não menos que 1000 h, preferivelmente não menos que 3000 h, mais preferido não menos que 5000 h.

Além disso, o processo da presente invenção difere do processo de produção de etileno glicol existente em que o etileno glicol pode ser produzido pelo processo de acordo com a presente invenção com um alto rendimento e uma seletividade elevada sem usar uma quantidade grande de água e, assim, alcança efeitos excelentes como um processo de produção industrial que simultaneamente resolve dois problemas antigos do processo de produção industrial existente (baixa seletividade, uso de energia elevado).

Breve Descrição do Desenho

A figura 1 é uma vista esquemática mostrando um exemplo de uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C preferível para realizar a presente invenção, n_1 estágios de bandejas sendo instalados em uma seção de extração, e bandejas sendo instaladas em uma porção inferior e recheios estruturados em uma porção superior (número total de estágios n_2) em uma seção de enriquecimento, como um interno em uma porção de tronco da coluna, e um estágio de bandeja de chaminé sendo instalado na porção de concentração acima de uma entrada 1 (nota-se que na figura 1, as bandejas excluindo a bandeja de chaminé na seção de extração e na seção de enriquecimento são omitidas), e um diâmetro D_3 da porção inferior da coluna é maior do que um diâmetro D_1 da seção de enriquecimento, bandejas K (n_3 estágios) sendo providas neste local.

Descrição dos Números de Referência

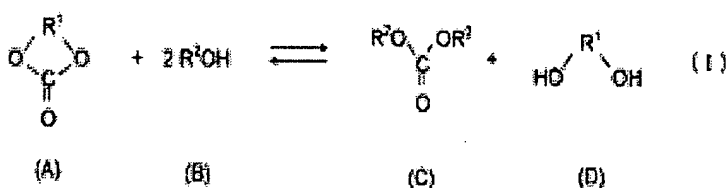
1: entrada, 2: saída do componente de topo da coluna C_T , 3: saída do componente de fundo da coluna C_B , 4: saída do componente de fração lateral C_S , 5: interno (recheio), 6: trocador térmico, 7: refeedor, 8: entrada de líquido de refluxo, 9: bandeja da chaminé, h: altura (cm) a partir de uma abertura da chaminé para uma saída de gás da chaminé, L_1 : comprimento (cm) da seção de extração de coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, L_2 : comprimento (cm) da seção de enriquecimento da coluna de

destilação contínua de estágios múltiplos C, D₁: diâmetro interno (cm) da seção de extração da coluna C, D₂: diâmetro interno (cm) de seção de enriquecimento da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, K: bandeja.

5 Melhor Modo para Realizar a Invenção

A seguir apresenta-se uma descrição detalhada da presente invenção.

10 A reação da presente invenção é uma reação de transesterificação de equilíbrio reversível representada pela seguinte fórmula, em que um carbonato de dialquila e um diol são produzidos a partir de um carbonato cíclico e um álcool monoídrico alifático:



em que R¹ representa um grupo bivalente -(CH₂)_m- (m é um número inteiro de 2 a 6), um ou mais dos hidrogênios dos mesmos sendo opcionalmente substituído com um grupo alquila ou um grupo arila tendo de 1 a 10 átomos de carbono. Além disso, R² representa um grupo alifático monovalente tendo de 1 a 12 átomos de carbono, um ou mais dos hidrogênios dos mesmos sendo opcionalmente substituído com um grupo alquila ou um grupo arila tendo de 1 a 10 átomos de carbono.

25 O carbonato cíclico usado como um material de partida na presente invenção é um composto representado por (A) na fórmula acima. Por exemplo, um carbonato de alquilenos como carbonato de etileno ou carbonato de propileno; ou 1,3-dioxaciclohexa-2-ona, 1,3-dioxaciclohepta-2-ona, ou outros, podem ser preferivelmente usados, carbonato de etileno ou carbonato

de propileno sendo mais preferivelmente usado devido à facilidade de sua obtenção e outros, e o carbonato de etileno sendo particularmente preferivelmente usado.

Além disso, o álcool monoídrico alifático usado como o outro material de partida é um composto representado por (B) na fórmula acima, um tendo um ponto de ebulição menor do que o diol produzido sendo usado. Apesar da possível variação dependendo do tipo do carbonato cíclico usado, exemplos do álcool monoídrico alifático incluem metanol, etanol, propanol (isômeros), álcool alílico, butanol (isômeros), 3-buten-1-ol, álcool amílico (isômeros), álcool hexílico (isômeros), álcool heptílico (isômeros), álcool octílico (isômeros), álcool nonílico (isômeros), álcool decílico (isômeros), álcool undecílico (isômeros), álcool dodecílico (isômeros), ciclopentanol, ciclohexanol, cicloheptanol, ciclooctanol, metilciclopentanol (isômeros), etilciclopentanol (isômeros), metilciclohexanol (isômeros), etilciclohexanol (isômeros), dimetilciclohexanol (isômeros), dietilciclohexanol (isômeros), fenilciclohexanol (isômeros), álcool benzílico, álcool fenetílico (isômeros), fenilpropanol (isômeros), e assim em diante. Além disso, estes álcoois monoídricos alifáticos podem ser substituídos com substituintes como halogênios, grupos alcóxi inferior, grupos ciano, grupos alcóxicarbonila, grupos arilóxicarbonila, grupos acilóxi, e grupos nitro.

Dentre tais álcoois monoídricos alifáticos, os preferivelmente usados são álcoois tendo de 1 a 6 átomos de carbono, mais preferivelmente álcoois tendo de 1 a 4 átomos de carbono, isto é, metanol, etanol, propanol (isômeros), e butanol (isômeros). No caso de usar carbonato de etileno ou carbonato de propileno como o carbonato cíclico, álcoois monoídricos alifáticos preferíveis incluem metanol e etanol, metanol sendo particularmente preferível.

No processo da presente invenção, um catalisador é levado a

estar presente em uma coluna de destilação reativa A. O método de levar o catalisador a estar presente na coluna de destilação reativa A pode ser qualquer método, mas no caso, por exemplo, de um catalisador homogêneo que dissolve no líquido de reação sob as condições de reação, o catalisador
5 pode ser levado a estar presente em uma fase líquida na coluna de destilação reativa por alimentação do catalisador na coluna de destilação reativa continuamente, ou no caso de um catalisador heterogêneo que não dissolve no líquido de reação sob as condições de reação, o catalisador pode ser levado a
10 estar presente no sistema de reação por disposição do catalisador como um sólido na coluna de destilação reativa; estes métodos também podem ser usados em combinação.

No caso em que um catalisador homogêneo é alimentado continuamente na coluna de destilação reativa, o catalisador homogêneo pode ser alimentado junto com o carbonato cíclico e/ou o álcool monoídrico
15 alifático, ou pode ser alimentado em uma posição diferente nos materiais de partida. A reação realmente prossegue na coluna de destilação em uma região abaixo da posição em que o catalisador é alimentado e, assim, é preferível alimentar o catalisador em uma região entre o topo da coluna e a(s) posição
(s) em que os materiais de partida são alimentados. O catalisador deve estar
20 presente em, pelo menos, 5 estágios, preferivelmente, pelo menos, 7 estágios, mais preferivelmente, pelo menos, 10 estágios.

Além disso, no caso de usar um catalisador sólido heterogêneo, o catalisador deve estar presente em, pelo menos, 5 estágios, preferivelmente, pelo menos, 7 estágios, mais preferivelmente, pelo menos, 10 estágios. Um
25 catalisador sólido que também tem um efeito como um recheio na coluna de destilação pode ser usado.

Como o catalisador usado na presente invenção, qualquer de vários catalisadores conhecidos até agora pode ser usado. Exemplos do

catalisador incluem:

metais alcalinos e metais alcalinos terrosos como lítio, sódio, potássio, rubídio, célio, magnésio, cálcio, estrôncio, e bário;

5 compostos básicos de metais alcalinos e metais alcalinos terrosos como hidretos, hidróxidos, alcóxidos, arilóxidos, e amidas;

compostos básicos de metais alcalinos e metais alcalinos terrosos, como carbonatos, bicarbonatos, e sais de ácido orgânico;

aminas terciárias como trietilamina, tributilamina, trihexilamina, e benzildietilamina;

10 compostos heteroaromáticos contendo nitrogênio como N-alquilpirróis, N-alquilindóis, oxazóis, N-alquilimidazóis, N-alquilpirazóis, oxadiazóis, piridina, alquilpiridinas, quinolina, alquilquinolinas, isoquinolina, alquilisoquinolinas, acridina, alquilacridinas, fenantrolina, alquilfenantrolinas, pirimidina, alquilpirimidinas, pirazina, alquilpirazinas, triazinas, e
15 alquiltriazinas;

amidinas cíclicas como diazabicycloundeceno (DBU), e diazabicyclononeno (DBN);

compostos de tálio como óxido de tálio, halogenetos de tálio, hidróxido de tálio, carbonato de tálio, nitrato de tálio, sulfato de tálio e sais de
20 ácido orgânico de tálio;

compostos de estanho como tributimetoxiestanho, tributiletóxi estanho, dibutimetoxiestanho, dietildietoxiestanho, dibutildietoxiestanho, dibutilfenoxiestanho, difenilmetoxiestanho, acetato de dibutilestanho, cloreto de tributilestanho, e 2-etilhexanoato de estanho;

25 compostos de zinco como dimetoxizínco, dietoxizínco, etilenodioxizínco, e dibutoxizínco;

compostos de alumínio como trimetóxido de alumínio, triisopropóxido de alumínio, e tributóxido de alumínio;

compostos de titânio como tetrametoxititânio, tetraetoxititânio, tetrabutoxititânio, diclorodimetoxititânio, tetraisopropoxititânio, acetato de titânio e acetilacetonato de titânio;

5 compostos de fósforo como trimetilfosfina, trietilfosfina, tributilfosfina, trifenilfosfina, halogenetos de tributilmetilfosfônio, halogenetos de trioctilbutilfosfônio, e halogenetos de trifenilmetilfosfônio;

compostos de zircônio como halogenetos de zircônio, acetilacetonato de zircônio, alcóxidos de zircônio, e acetato de zircônio;

10 chumbo e compostos contendo chumbo, por exemplo, óxidos de chumbo como PbO , PbO_2 , e Pb_3O_4 ;

sulfetos de chumbo como PbS , Pb_2S_3 , e PbS_2 ;

hidróxidos de chumbo como Pb(OH)_2 , $\text{Pb}_3\text{O}_2(\text{OH})_2$, $\text{Pb}_2[\text{PbO}_2(\text{OH})_2]$, e $\text{Pb}_2\text{O(OH)}_2$;

plumbitos como Na_2PbO_2 , K_2PbO_2 , NaHPbO_2 , e KHPbO_2 ;

15 plumbatos como Na_2PbO_3 , $\text{Na}_2\text{H}_2\text{PbO}_4$, K_2PbO_3 , $\text{K}_2[\text{Pb(OH)}_6]$, K_4PbO_4 , Ca_2PbO_4 , e CaPbO_3 ;

carbonatos de chumbo e sais básicos dos mesmos como PbCO_3 , e $2\text{PbCO}_3 \cdot \text{Pb(OH)}_2$;

20 compostos de alcóxicumbo e compostos de arilóxicumbo como $\text{Pb(OCH}_3)_2$, $(\text{CH}_3\text{O})\text{Pb(OPh)}$, e Pb(OPh)_2 ;

sais de chumbo de ácidos orgânicos, e carbonatos e sais básicos dos mesmos, como $\text{Pb(OCOCH}_3)_2$, $\text{Pb(OCOCH}_3)_4$, $\text{Pb(OCOCH}_3)_2 \cdot \text{PbO} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$;

25 compostos de organochumbo como Bu_4Pb , Ph_4Pb , Bu_3PbCl , Ph_3PbBr , Ph_3Pb (ou Ph_6Pb_2), Bu_3PbOH , e Ph_2PbO (em que Bu representa um grupo butila, e Ph representa um grupo fenila);

ligas de chumbo, Pb-Na, Pb-Ca, Pb-Ba, Pb-Sn, e Pb-Sb;

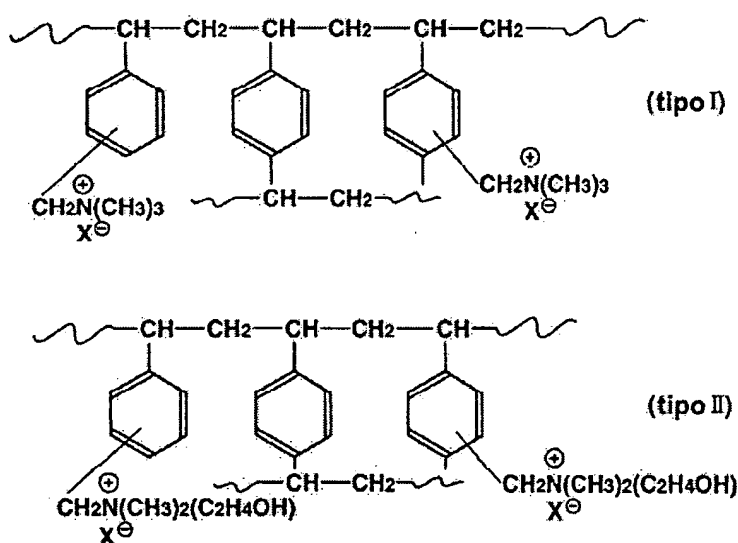
minerais de chumbo como galena e blenda de zinco; e hidratos de tais compostos de chumbo.

No caso em que o composto usado dissolve no material de partida da reação, a mistura de reação, um subproduto de reação ou outro, o composto pode ser usado como um catalisador homogêneo, enquanto no caso em que o composto não dissolve, o composto pode ser usado como um catalisador sólido. Além disso, também é preferível usar, como um catalisador homogêneo, uma mistura obtida por dissolução de um composto como acima em um material de partida da reação, a mistura de reação, um subproduto de reação ou outro antes, ou por reação para ocasionar a dissolução.

Além disso, trocadores iônicos como resinas de troca aniônica tendo grupos amino terciários, resinas de troca iônica tendo grupos amida, resinas de troca iônica tendo, pelo menos, um tipo de grupos de troca selecionados dentre grupos sulfonato, grupos carboxilato, e grupos fosfato, e trocadores aniônicos sólidos fortemente básicos tendo grupos de amônio quaternário como grupos de troca; compostos inorgânicos sólidos como sílica, sílica-alumina, sílica-magnésia, aluminossilicatos, silicato de gálio, vários zeólitos, vários zeólitos trocados em metal, e zeólitos trocados em amônio, e outros também podem ser usados como um catalisador heterogêneo.

Como um catalisador heterogêneo, um usado particularmente preferivelmente é um trocador aniônico sólido fortemente básico tendo grupos de amônio quaternário como grupos de troca, exemplos dos mesmos incluindo uma resina de troca aniônica fortemente básica tendo grupos de amônio quaternário como grupos de troca, um trocador aniônico fortemente básico de celulose tendo grupos de amônio quaternário como grupos de troca, e um trocador aniônico fortemente básico de tipo suportado em veículo inorgânico tendo grupos de amônio quaternário como grupos de troca. Como uma resina de troca aniônica fortemente básica tendo grupos de amônio quaternário como grupos de troca, por exemplo uma resina de troca aniônica fortemente básica de tipo estireno ou outros pode ser usada preferivelmente.

Uma resina de troca aniônica fortemente básica de tipo estireno é uma resina de troca aniônica fortemente básica tendo um copolímero de estireno e divinilbenzeno como um material parental, e tendo grupos de amônio quaternário (tipo I ou tipo II) como grupos de troca, e podem ser esquematicamente representados, por exemplo, pela seguinte fórmula:



em que X representa um ânion; como X, geralmente pelo menos um tipo de ânion selecionado dentre F^- , Cl^- , Br^- , I^- , HCO_3^- , CO_3^{2-} , $CH_3CO_2^-$, HCO_2^- , IO_3^- , BrO_3^- , e ClO_3^- é usado, pelo menos preferivelmente um tipo de ânion selecionado dentre Cl^- , Br^- , HCO_3^- , e CO_3^{2-} . Além disso, como a estrutura do material parental de resina ou um tipo de gel ou um tipo macro-reticular (MR) pode ser usado, o tipo MR sendo particularmente preferível devido à resistência do solvente orgânico ser elevada.

Um exemplo de um trocador aniônico fortemente básico de celulose tendo grupos de amônio quaternário como grupos de troca é celulose tendo grupos de troca $-OCH_2CH_2NR_3X$ obtidos por conversão de alguns ou de todos os grupos $-OH$ na celulose em grupos de triálquilaminoetila. Aqui, R representa um grupo alquila: metila, etila, propila, butila ou outros é geralmente usado, preferivelmente metila ou etila. Além disso, X representa

um ânion como acima.

Um trocador aniônico fortemente básico de tipo suportado em veículo inorgânico, tendo grupos de amônio quaternário como grupos de troca, que pode ser usado na presente invenção, significa um veículo inorgânico que tinha tido grupos de amônio quaternário $-O(CH_2)_nNR_3X$ introduzidos no mesmo por modificação de alguns ou de todos os grupos hidroxila de superfície $-OH$ do veículo inorgânico. Aqui, R e X são definidos como acima. n é geralmente um número inteiro de 1 a 6, preferivelmente n = 2. Como o veículo inorgânico, sílica, alumina, sílica-alumina, titânia, um zeólito, ou outros podem ser usados, sendo preferível usar sílica, alumina, ou sílica-alumina, particularmente preferivelmente sílica. Qualquer método pode ser usado como o método de modificação dos grupos hidroxila de superfície do veículo inorgânico.

Como o trocador aniônico sólido fortemente básico tendo grupos de amônio quaternário como grupos de troca, um comercialmente disponível pode ser usado. Neste caso, o trocador aniônico também pode ser usado como o catalisador de transesterificação após ser submetido à troca iônica com uma espécie aniônica desejada de modo antecipado como pré-tratamento.

Além disso, um catalisador sólido contendo um polímero orgânico de tipo de gel ou macro reticular tendo ligado, ao mesmo, grupos heterocíclicos, cada contendo pelo menos um átomo de nitrogênio, ou um veículo inorgânico tendo ligado, ao mesmo, grupos heterocíclicos contendo, cada, pelo menos um átomo de nitrogênio também pode ser preferivelmente usado como o catalisador de transesterificação. Além disso, um catalisador sólido em que alguns ou todos estes grupos heterocíclicos contendo nitrogênio foram convertidos em um sal quaternário pode ser similarmente usado. Note-se que um catalisador sólido como um trocador iônico também pode agir como um recheio na presente invenção.

A quantidade do catalisador usado na presente invenção varia dependendo do tipo do catalisador usado, mas no caso de alimentar continuamente um catalisador homogêneo que dissolve no líquido de reação sob as condições de reação, a quantidade usada está geralmente na faixa de 0,0001 a 50% em peso, preferivelmente de 0,005 a 20% em peso, mais preferivelmente de 0,01 a 10% em peso, como uma proporção do peso total do carbonato cíclico e do álcool monoídrico alifático alimentados como os materiais de partida. Além disso, no caso de usar catalisador sólido instalado na coluna de destilação, o catalisador é preferivelmente usado em uma quantidade em uma faixa de 0,01 a 75% em volume, mais preferivelmente de 0,05 a 60% em volume, ainda mais preferivelmente de 0,1 a 60% em volume, com base no volume de coluna vazia da coluna de destilação.

Não se notam limitações particulares no método de alimentar continuamente o carbonato cíclico e álcool monoídrico alifático em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A constituindo a coluna de destilação reativa na presente invenção; qualquer método de alimentação pode ser usado desde que o carbonato cíclico e o álcool monoídrico alifático possam ser levados a contatar o catalisador em uma região de pelo menos 5 estágios, preferivelmente pelo menos 7 estágios, mais preferivelmente pelo menos 10 estágios, da coluna de destilação A. Isto é, o carbonato cíclico e o álcool monoídrico alifático podem ser alimentados continuamente a partir de um número requerido de entradas em estágios da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A atendendo às condições descritas acima. Além disso, o carbonato cíclico e o álcool monoídrico alifático podem ser introduzidos no mesmo estágio da coluna de destilação, ou podem ser introduzidos em estágios diferentes um do outro.

Os materiais de partida podem ser alimentados continuamente na coluna de destilação A em uma forma líquida, em uma forma gasosa, ou

como uma mistura de um líquido e um gás. Além de alimentar os materiais de partida na coluna de destilação A deste modo, também é preferível alimentar adicionalmente um material de partida gasoso intermitentemente ou continuamente a partir de uma porção inferior da coluna de destilação A.

5 Além disso, outro método preferível é um em que o carbonato cíclico é alimentado continuamente em uma forma líquida ou uma forma mista gás/líquido em um estágio da coluna de destilação A acima dos estágios em que o catalisador está presente, e o álcool monoídrico alifático é alimentado continuamente em uma forma gasosa e/ou em uma forma líquida na porção
10 inferior da coluna de destilação A. Neste caso, o carbonato cíclico pode conter, como evidente, o álcool monoídrico alifático.

Na presente invenção, os materiais de partida alimentados podem conter o produto carbonato de dialquila e/ou diol. O teor do mesmo está, para o carbonato de dialquila, geralmente em uma faixa de 0 a 40% em peso, preferivelmente de 0 a 30% em peso, mais preferivelmente de 0 a 20% em
15 peso, em termos da porcentagem em massa do carbonato de dialquila na mistura de álcool monoídrico alifático / carbonato de dialquila, e está, para o diol, geralmente em uma faixa de 0 a 10% em peso, preferivelmente de 0 a 7% em peso, mais preferivelmente de 0 a 5% em peso, em termos da
20 porcentagem em peso do diol na mistura de carbonato cíclico / diol.

Quando realizando a presente invenção industrialmente, além de carbonato cíclico e/ou álcool monoídrico alifático novos recentemente introduzidos no sistema de reação, materiais tendo o carbonato cíclico e/ou o álcool monoídrico alifático como um componente principal do mesmo
25 recuperados deste processo e/ou de outro processo também podem ser preferivelmente usados como materiais de partida. É um aspecto característico excelente da presente invenção que isto seja possível. Um exemplo de outro processo é um processo em que um carbonato de diarila é produzido a partir

do carbonato de dialquila e um composto mono-hidroxila aromático, o álcool monoídrico alifático sendo subproduzido neste processo e recuperado. O álcool monoídrico alifático subproduzido recuperado geralmente contém, com frequência, o carbonato de dialquila, o composto mono-hidróxi aromático, um éter de alquil arila e assim em diante, e também pode conter pequenas quantidades de um carbonato de alquil arila, o carbonato de diarila e assim em diante. O álcool monoídrico alifático subproduzido pode ser usado como tal, como um material de partida na presente invenção, ou pode ser usado como o material de partida após a quantidade de material contido tendo um ponto de ebulição maior do que a do álcool monoídrico alifático ser reduzida através de destilação ou semelhante.

Um carbonato cíclico preferivelmente usado na presente invenção é um produzido através da reação entre, por exemplo, um óxido de alquilenos como óxido de etileno, óxido de propileno ou óxido de estireno e dióxido de carbono; um carbonato cíclico contendo pequenas quantidades destes compostos deste material de partida ou outros pode ser usado como um material de partida na presente invenção.

Na presente invenção, uma relação entre as quantidades do carbonato cíclico e do álcool monoídrico alifático alimentados na coluna de destilação reativa A varia de acordo com o tipo e quantidade do catalisador de transesterificação e as condições de reação, mas uma relação molar do álcool monoídrico alifático para o carbonato cíclico alimentado está geralmente em uma faixa de 0,01 a 1000 vezes. Para aumentar a conversão de carbonato cíclico, é preferível alimentar o álcool monoídrico alifático em um excesso de pelo menos 2 vezes o número de mols do carbonato cíclico. No entanto, se uma quantidade do álcool monoídrico alifático usada for muito grande, então é necessário tornar o aparelho maior. Por tais razões, a relação molar do álcool monoídrico alifático para o carbonato cíclico está preferivelmente em

uma faixa de 2 a 20, mais preferivelmente de 3 a 15, ainda mais preferivelmente de 5 a 12. Além disso, se permanecer muito carbonato cíclico não reagido, então o carbonato cíclico não reagido pode reagir com o produto diol para subproduzir oligômeros como um dímero ou um trímero e, assim, no caso de implementação industrial, é preferível reduzir a quantidade de carbonato cíclico não reagido restante na medida do possível. No processo da presente invenção, mesmo se a relação molar acima não for maior que 10, a conversão de carbonato cíclico pode ser levada a não ser menor do que 98%, preferivelmente não menor do que 99%, mais preferivelmente não menor do que 99,9%. Este é outro aspecto característico da presente invenção.

Na presente invenção, preferivelmente não menos que aproximadamente 1 tonelada/h de uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B contendo o diol é continuamente produzida na coluna de destilação reativa A, esta sendo alimentada em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C de modo a produzir não menos que aproximadamente 1 tonelada/h do diol substancialmente não contendo material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente de fundo da coluna C_B ; a quantidade mínima do carbonato cíclico continuamente alimentado para obter isto é geralmente de 1,55 P toneladas/h, preferivelmente 1,5 P toneladas/h, mais preferivelmente 1,45 P toneladas/h, com base na quantidade P (toneladas/h) do diol a ser produzido. Em um caso ainda mais preferível, esta quantidade pode ser levada a ser menor que 1,43 P toneladas/h.

Não se notam limitações particulares sobre a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A para realizar o processo de destilação reativa na presente invenção, mas a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A é preferivelmente uma que permite não somente a destilação mas também a reação a serem realizadas ao mesmo tempo de modo a permitir

produzir preferivelmente não menos que 1,5 toneladas/h do carbonato de dialquila e/ou preferivelmente não menos que 1 tonelada/h do diol de modo estável durante um período prolongado de tempo.

Na presente invenção, o diol é produzido tomando-se o carbonato cíclico e o álcool monoídrico alifático como os materiais de partida, continuamente alimentando os materiais de partida na coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A em que o catalisador está presente, realizado a destilação reativa na coluna A, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição baixo A_T contendo um carbonato de dialquila produzido e o álcool a partir de uma porção superior da coluna A em uma forma gasosa, continuamente retirado uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B contendo um diol produzido a partir de uma porção inferior da coluna A em forma líquida, contendo alimentando a mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, continuamente obtendo material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol contido na mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B como um componente de topo da coluna C_T e/ou um componente da fração lateral C_S , e continuamente obtendo o diol substancialmente não contendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol. A coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C deve, assim, ter uma função de permitir que o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol contido na mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B seja removido de modo eficiente como o componente de topo da coluna C_T e/ou o componente de fração lateral C_S ; a presente invenção provê um aparelho de destilação industrial tendo uma estrutura especificada tendo esta função, e foi descoberto que usando este aparelho, o objeto da presente invenção pode ser atingido.

A mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B pode conter

um traço a uma quantidade pequena de carbonato cíclico não reagido. Neste caso, é preferível fazer de modo que este carbonato cíclico não reagido não esteja substancialmente presente no componente de fundo da coluna C_B a partir da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C. Para obter isto, é preferível adicionar uma quantidade pequena de água na coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C de modo que o carbonato cíclico não reagido é convertido no diol através de hidrólise, e/ou projetar a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C de modo que o carbonato cíclico não reagido é reagido com o diol e, assim, convertido em um dialquilenoglicol ou outro (por exemplo, para uma temperatura e tempo de residência requeridos para esta reação prosseguir até completar serem seguros, para a retro-misturação do componente de fundo da coluna ser reduzida, etc.). Como um resultado, pode-se fazer de modo que não se tenha substancialmente carbonato cíclico não reagido no componente de fundo da coluna C_B a partir da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, isto sendo preferível quando realizando a presente invenção.

Nota-se que o termo "substancialmente não contendo" usado na presente invenção significa que o teor não é maior que 50 ppm, preferivelmente não maior que 10 ppm, mais preferido não maior que 5 ppm.

Para atingir o objeto acima, a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C usada presente invenção deve ser levada a atender simultaneamente a várias condições.

Especificamente, a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C deve ser como a seguir:

(a) a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C compreende uma coluna de destilação compreendendo uma seção de extração tendo um comprimento L_1 (cm), um diâmetro interno D_1 (cm) e um interno com um número de estágios n_1 dentro da mesma, e uma seção de

enriquecimento tendo um comprimento L_2 (cm), um diâmetro interno D_2 (cm) e um interno com um número de estágios n_2 dentro da mesma, em que L_1 , D_1 , n_1 , L_2 , D_2 , e n_2 atendem às seguintes fórmulas (1) a (9):

$$300 \leq L_1 \leq 3000 \quad (1)$$

$$5 \quad 50 \leq D_1 \leq 700 \quad (2)$$

$$3 \leq L_1 / D_1 \leq 30 \quad (3)$$

$$3 \leq n_1 \leq 30 \quad (4)$$

$$1000 \leq L_2 \leq 5000 \quad (5)$$

$$50 \leq D_2 \leq 500 \quad (6)$$

$$10 \quad 10 \leq L_2 / D_2 \leq 50 \quad (7)$$

$$20 \leq n_2 \leq 100 \quad (8) \text{ e}$$

$$D_2 \leq D_1 \quad (9);$$

(b) a seção de enriquecimento da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tem pelo menos uma bandeja de chaminé instalada na mesma como um interno, a bandeja de chaminé tendo instalado na mesma um ou mais chaminés cada tendo uma abertura tendo uma área de seção transversal S (cm²) atendendo à fórmula (10):

$$200 \leq S \leq 1000 \quad (10),$$

e cada uma das chaminés sendo de modo que uma altura h (cm) da abertura da referida chaminé para uma saída de gás da chaminé atende à fórmula (11):

$$10 \leq h \leq 80 \quad (11); \text{ e}$$

(c) uma saída de fração lateral é conectada a uma porção de coleta de líquido da bandeja de chaminé da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C.

Descobriu-se que usando esta coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, um componente de fundo da coluna C_B não contendo substancialmente material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol

pode ser produzido em uma escala industrial de não menos que 1 tonelada/h, preferivelmente não menos que 2 toneladas/h, mais preferivelmente não menos que 3 toneladas/h, de modo estável durante um período prolongado de tempo de, por exemplo, não menos que 1000 h, preferivelmente não menos
5 que 3000 h, mais preferivelmente não menos que 5000 h, a partir de uma quantidade grande da mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B que foi produzida através de um processo de destilação reativa entre o carbonato cíclico e o álcool monoídrico alifático. A razão porque se torna possível separar e purificar o diol em uma escala industrial com tais efeitos excelentes
10 por implementação do processo de acordo com a presente invenção não é evidente, mas se supõe seja devido a um efeito compósito ocasionado quando as condições das fórmulas (1) a (11) são combinadas.

As faixas preferidas para fatores respectivos são descritas abaixo.

Se L_1 (cm) for menor que 300, então a eficiência de separação
15 para a seção de extração diminui e, assim, a eficiência de separação desejada não pode ser atingida. Além disso, para diminuir o custo do equipamento enquanto mantendo a eficiência de separação desejada, L_1 deve ser levado a não ser maior que 3000. Além disso, se L_1 for maior que 3000, então a diferença de pressão entre o topo e o fundo da coluna se torna muito grande e,
20 assim, uma operação prolongada estável se torna difícil, e além disso se torna necessário aumentar a temperatura na porção inferior da coluna e, assim, reações laterais podem ocorrer. Uma faixa mais preferível para L_1 (cm) é $500 \leq L_1 \leq 2000$, com $600 \leq L_1 \leq 1500$ sendo ainda mais preferível.

Se D_1 (cm) for menor que 50, então não é possível atingir a
25 quantidade de destilação desejada. Além disso, para diminuir o custo do equipamento enquanto atingindo a quantidade de destilação desejada, D_1 deve ser levado a não ser maior que 700. Uma faixa mais preferível para D_1 (cm) é $70 \leq D_1 \leq 500$, com $190 \leq D_1 \leq 400$ sendo ainda mais preferível.

Se L_1 / D_1 for menor que 3 ou maior que 30, então uma operação prolongada estável se torna difícil. Uma faixa mais preferível para L_1 / D_1 é $4 \leq L_1 / D_1 \leq 20$, com $5 \leq L_1 / D_1 \leq 15$ sendo ainda mais preferível.

Se n_1 for menor que 3, então a eficiência de separação para a
 5 seção de extração diminui e, assim, a eficiência de separação desejada não pode ser atingida. Além disso, para diminuir o custo do equipamento enquanto mantendo a eficiência de separação desejada, n_1 deve ser levado a não ser maior que 30. Além disso, se n_1 for maior que 30, então a diferença de pressão entre o topo e o fundo da coluna se torna muito grande e, assim, uma
 10 operação prolongada estável se torna difícil e, além disso, se torna necessário aumentar a temperatura na porção inferior da coluna e, assim, reações laterais podem ocorrer. Uma faixa mais preferível para n_1 é $5 \leq n_1 \leq 20$, com $6 \leq n_1 \leq 15$ sendo ainda mais preferível.

Se L_2 (cm) for menor que 1000, então a eficiência de separação
 15 para a seção de enriquecimento diminui e, assim, a eficiência de separação desejada não pode ser atingida. Além disso, para diminuir o custo do equipamento enquanto mantendo a eficiência de separação desejada, L_2 deve ser levado a não ser maior que 5000. Além disso, se L_2 for maior que 5000, então a diferença de pressão entre o topo e o fundo da coluna se torna muito
 20 grande e, assim, uma operação prolongada estável se torna difícil. Além disso, se torna necessário aumentar a temperatura na porção inferior da coluna e, assim, reações laterais podem ocorrer. Uma faixa mais preferível para L_2 (cm) é $1500 \leq L_2 \leq 4000$, com $2000 \leq L_2 \leq 3500$ sendo ainda mais preferível.

Se D_2 (cm) for menor que 50, então não é possível atingir a
 25 quantidade de destilação desejada. Além disso, para diminuir o custo do equipamento enquanto atingido a quantidade de destilação desejada, D_2 deve ser feito para não ser maior que 500. Uma faixa mais preferível para D_2 (cm) é $70 \leq D_2 \leq 400$, com $90 \leq D_2 \leq 350$ sendo ainda mais preferível.

Se L_2 / D_2 for menor que 10 ou maior que 50, então a operação prolongada estável se torna difícil. Uma faixa mais preferível para L_2 / D_2 é $15 \leq L_2 / D_2 \leq 40$, com $20 \leq L_2 / D_2 \leq 35$ sendo ainda mais preferível.

Se n_2 for menor que 20, então a eficiência de separação para a
 5 seção de enriquecimento diminui e, assim, a eficiência de separação desejada não pode ser atingida. Além disso, para diminuir o custo do equipamento enquanto mantendo a eficiência de separação desejada, n_2 deve ser levado a não ser maior que 100. Além disso, se n_2 for maior que 100, então a diferença de pressão entre o topo e o fundo da coluna se torna muito grande e, assim,
 10 uma operação prolongada estável se torna difícil. Além disso, se torna necessário aumentar a temperatura na porção inferior d coluna e, assim, reações laterais podem ocorrer. Uma faixa mais preferível para n_2 é $30 \leq n_2 \leq 90$, com $40 \leq 80$ sendo ainda mais preferível. Nota-se que, na presente invenção, pelo menos uma bandeja de chaminé deve ser instalada na porção
 15 de concentração e o número de estágios para a mesma é incluído em n_2 acima. Além disso, para a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C da presente invenção, preferivelmente $D_2 \leq D_1$.

Além disso, no caso em que a mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_S alimentada na coluna de destilação contínua de estágios
 20 múltiplos C contém uma quantidade pequena de carbonato cíclico não regido, é preferível para a mesma ser projetada de modo que o carbonato cíclico não reagido seja levado a sofrer uma reação na porção inferior da coluna, de modo que substancialmente nenhum carbonato cíclico não reagido esteja contido no componente de fundo da coluna C_B . conseqüentemente, em uma forma de
 25 realização preferível da presente invenção, uma pluralidade (n_3 estágios) de bandejas K são ainda providos em uma proporção inferior dos internos em uma porção mais inferior da seção de extração que é a porção inferior da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, alguma parte do

líquido é continuamente retirada de um estágio mais superior das bandejas K, e oferecido o calor requerido para a destilação e reação em um refeedor e, então, o líquido aquecido é retornado dentro da coluna de destilação C a partir de uma abertura de alimentação provida entre o estágios mais inferior das bandejas K e os internos em uma porção mais inferior da seção de enriquecimento, enquanto o restante do líquido é alimentado nas bandejas inferiores em seqüência.

Ao projetar a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C deste modo, o tempo de residência do líquido na porção inferior da coluna pode ser aumentado. Além disso, ao levar um diâmetro D_3 da coluna em ou abaixo dos estágios onde as bandejas K estão presentes ser maior do que o diâmetro D_1 da seção de enriquecimento ($D_1 < D_3$), a quantidade de líquido mantido pode ser aumentada e, assim, o tempo de residência pode ser aumentado e, assim, um tempo de reação suficiente pode ser mantido. Além disso, ao levar o nível de líquido no fundo da coluna ser maior do que o mais inferior das bandejas K, a retro-misturação do líquido na porção inferior da coluna pode ser evitada. Como resultado do acima, na presente invenção, mesmo no caso em que uma quantidade pequena de carbonato cíclico não reagido está contida, o carbonato cíclico não reagido pode ser reagido com o diol, que está geralmente presente em um excesso grande e, assim, convertido completamente em um dialquilenoglicol tendo um ponto de ebulição elevado ou semelhante.

As bandejas K podem ser de qualquer tipo de bandejas desde que estas bandejas atendam ao papel descrito acima, mas em termos de relação entre o desempenho e custo do equipamento, uma bandeja perfurada ou bandejas de anteparos é preferível, a bandeja de anteparo sendo particularmente preferível. No caso de uma bandeja perfurada ou a bandeja de anteparos, um vertedor é preferivelmente provido, sendo feito preferivelmente

de modo que o líquido transbordando do vertedor continuamente escoar descendente a partir de uma porção descendente dentro de bandejas de estágio inferior. Neste caso, a altura do vertedor está preferivelmente em uma faixa de 4 a 30 cm, mais preferivelmente de 6 a 20 cm, ainda mais preferivelmente de 8 a 15 cm. No caso de bandeja de anteparo, uma bandeja simples em que o vertedor é o anteparo é particularmente preferível.

Uma faixa preferível para D_3 é $1,2D_1 < D_3 \leq 5D_1$, mais preferivelmente $1,5D_1 < D_3 \leq 4D_1$, ainda mais preferido $1,7D_1 < D_3 \leq 3D_1$.

Além disso, n_3 não é menor que 2, uma faixa preferível para n_3 sendo $3 \leq n_3 \leq 20$, mais preferivelmente $4 \leq n_3 \leq 15$, ainda mais preferivelmente $5 \leq n_3 \leq 10$.

A bandeja de chaminé instalada na seção de enriquecimento da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tem provida na mesma pelo menos uma chaminé, cada tendo uma abertura tendo uma área de seção transversal S (cm²) no plano da bandeja. Além disso, uma cobertura da chaminé é preferivelmente instalada em uma abertura superior de cada uma das chaminés. Esta cobertura de chaminé desempenha um papel em um componente gasoso que se eleva a partir dos estágios inferiores escoando lateralmente em uma abertura superior (saída de gás) da chaminé e, além disso, desempenha um papel para prevenir que um componente líquido, que escoar descendente a partir de estágios superior escoar descendente diretamente nos estágios inferiores.

A forma de seção transversal de cada uma das chaminés pode ser qualquer uma dentre triangular, quadrada, poligonal, circular, elíptica, em forma de estrela e outras, mas uma forma quadrada ou forma circular é preferivelmente usada. Além disso, para cada uma das chaminés, a forma de seção transversal e área podem variar de uma porção superior a uma porção inferior da chaminé, mas é preferivelmente constante porque a fabricação é

simples e barata. Além disso, pelo menos duas chaminés podem ter formas diferentes, mas preferivelmente tem a mesma forma uma da outra.

Na presente invenção, a área de seção transversal S (cm^2) da abertura (a parte da chaminé tendo a menor seção transversal) de cada uma das chaminés conectadas à bandeja de chaminé deve atender à fórmula (10):

$$200 \leq S \leq 1000 \quad (10).$$

Se S for menor que 200, então um número grande de chaminés é requerido para atingir uma quantidade de produção predeterminada e, assim, o custo do equipamento se torna alto. Se S for maior que 1000, então o fluxo de gás no estágio de bandeja da chaminé é possível de se tornar não uniforme e, assim, uma operação prolongada estável se torna difícil. Uma faixa mais preferível para S (cm^2) é $300 \leq S \leq 800$, com $400 \leq S \leq 700$ sendo ainda mais preferível.

Além disso, a altura h (cm) da abertura de cada uma das chaminés para a saída de gás (uma extremidade inferior da abertura superior da chaminé) desta chaminé deve atender à fórmula (11):

$$10 \leq h \leq 80 \quad (11).$$

A bandeja de chaminé usada na presente invenção geralmente tem instalada na mesma uma porção descendente para deixar o componente líquido escoar descendentemente em estágios inferiores, e um vertedor para manter o componente líquido. A altura do vertedor depende de h , sendo geralmente fixada cerca de 5 a 20 cm menor do que h . Assim, se h for menor que 10, então a quantidade de líquido mantida na bandeja de chaminé se torna baixa e, assim, uma operação prolongada estável se torna difícil. Além disso, se h for maior que 80, então a quantidade de líquido mantido aumenta e, assim, a resistência do equipamento deve ser aumentada e, assim, o custo do equipamento se torna elevado e, além disso, o tempo de residência do diol purificado na coluna aumenta, o que é indesejável. Uma faixa mais preferível

para h (cm) é $15 \leq h \leq 60$, com $20 \leq h \leq 50$ sendo ainda mais preferível.

Uma relação de abertura (a relação da área de seção transversal total das aberturas na chaminé para a área da bandeja de chaminé incluindo a área de seção transversal total das aberturas) da bandeja de chaminé está preferivelmente em uma faixa de 10 a 40%. Se a relação de abertura for menor que 10%, então uma operação prolongada estável se torna difícil. Além disso, se a relação de abertura for maior que 40%, então o número de chaminés deve ser aumentado, ou cada uma das chaminés deve ser tornada maior, e em ambos os casos o custo do equipamento se torna elevado. Uma faixa mais preferível para a relação de abertura é 13 a 35%, com 15 a 30% sendo ainda mais preferível.

Na presente invenção, a pelo menos uma bandeja de chaminé é instalada na seção de enriquecimento (uma porção acima de uma entrada para alimentação na coluna mas abaixo do topo da coluna) da coluna de destilação de estágios múltiplos C e uma fração tendo, como um componente principal da mesma, material de ponto de ebulição intermediário tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol, mas um ponto de ebulição maior do que o do álcool monoídrico alifático é continuamente retirada da saída de fração lateral que é conectada ao fundo da porção de coleta de líquido da bandeja de chaminé. O número de bandejas de chaminé pode ser levado a ser dois ou mais se necessário, mas é geralmente um. O estágio em que a bandeja de chaminé é instalada pode ser em qualquer posição na seção de enriquecimento, mas está preferivelmente em um estágio que está a pelo menos 3 estágios a partir do fundo dos estágios na seção de enriquecimento e pelo menos 10 estágios a partir do topo dos estágios na seção de enriquecimento, mais preferivelmente um estágio que está a pelo menos 4 estágios a partir do fundo dos estágios na seção de enriquecimento e a pelo menos 15 estágios a partir do topo dos estágios na seção de enriquecimento,

ainda mais preferivelmente um estágio que está a pelo menos 5 estágios a partir do fundo dos estágios na seção de enriquecimento e pelo menos 4 estágios a partir do topo dos estágios na seção de enriquecimento.

A coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C da presente invenção preferivelmente compreende uma coluna de destilação tendo bandejas e/ou recheios como internos em cada uma dentre a seção de extração e a seção de enriquecimento. O termo "interno" usado na presente invenção significa uma parte na coluna de destilação onde gás e líquido são realmente levados ao contato um com o outro. Os exemplos da bandeja incluem uma bandeja de topo de borbulhamento, uma bandeja perfurada, uma bandeja ondulada, uma bandeja de lastro, uma bandeja de válvula, uma bandeja de contra-fluxo, uma bandeja Unifrax, uma bandeja Superfrac, uma bandeja Maxfrac, uma bandeja de fluxo duplo, uma bandeja de placa de grade, uma bandeja de placa de turbograde, uma bandeja Kittel ou semelhantes. Exemplos do recheio incluem recheios aleatórios, como um anel Raschig, um anel Lessing, um anel Pall, uma sela Berl, uma sela Intalox, um recheio Dixon, um recheio McMahon ou Heli-Pak, ou recheios estruturados como Mellapak, Gempak, Techno-Pack, Flexi-Pak, um recheio Sulzer, um recheio Goodroll, ou Glitschgrid. Uma coluna de destilação de estágios múltiplos tendo tanto uma porção de bandeja como uma porção recheada com os recheios também pode ser usada. Além disso, o termo "número de estágios n_1 ou n_2 do interno" usado na presente invenção significa o número de bandejas no caso das bandejas, e o número teórico de estágios no caso de recheios. n_1 ou n_2 , no caso de uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos tendo tanto uma porção de bandeja como uma porção recheada com recheios é, assim, a soma do número de bandejas e o número teórico de estágios.

Na presente invenção, os internos na seção de extração da coluna

de destilação contínua de estágios múltiplos C e os internos excluindo a bandeja de chaminé na seção de enriquecimento são preferivelmente bandejas e/ou recheios. Além disso, descobriu-se que é particularmente preferível se os internos na seção de extração forem bandejas, e os internos, excluindo a bandeja de chaminé na seção de enriquecimento são bandejas e/ou recheios estruturados. Além disso, descobriu-se que as bandejas perfuradas tendo, cada, uma porção perfurada e uma porção descendente, são particularmente boas como as bandejas em termos da relação entre o desempenho e custo do equipamento. Descobriu-se também que cada bandeja perfurada tem preferivelmente 100 a 1000 orifícios/m² na porção perfurada da mesma. Um número mais preferível de orifícios é de 150 a 900 orifícios/m², ainda mais preferivelmente de 200 a 800 orifícios/m². Além disso, descobriu-se que a área de seção transversal por orifício de cada bandeja perfurada está preferivelmente na faixa de 0,5 a 5 cm². Uma área de seção transversal mais preferível por orifício é de 0,7 a 4 cm², ainda mais preferivelmente de 0,9 a 3 cm². Além disso, descobriu-se que é particularmente preferível se cada bandeja perfurada tiver de 150 a 1200 orifícios/m² na porção perfurada da mesma, e a área de seção transversal por orifício em uma faixa de 0,5 a 5 cm².

Uma relação de abertura (a relação da área de seção transversal total dos orifícios em uma estágio da bandeja para a área da bandeja) de cada uma das bandejas perfuradas na seção de enriquecimento da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C está preferivelmente em uma faixa de 2 a 15%, mais preferivelmente de 2,5 a 12%, ainda mais preferivelmente de 3 a 10%. Além disso, uma relação de abertura (a relação da área de seção transversal total dos orifícios em um estágio da bandeja para a área da bandeja) de cada uma das bandejas perfuradas na seção de enriquecimento da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C está preferivelmente em uma faixa de 1,5 a 12%, mais preferivelmente de 2 a 11%, ainda mais

preferivelmente de 2,5 a 10. Nota-se que, na presente invenção, a bandeja de chaminé instalada na seção de enriquecimento é contada no número de estágios, mas como descrito acima, a relação de abertura para a bandeja de chaminé é diferente para a relação de abertura para as bandejas perfuradas.

5 Demonstrou-se que por adição das condições acima à coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, o objeto da presente invenção pode ser atingido mais facilmente.

Na presente invenção, o carbonato de dialquila produzido através da destilação reativa na coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A
10 é continuamente retirado da porção superior da coluna em uma forma gasosa como a mistura de reação de ponto de ebulição baixo A_T junto com o álcool monoídrico alifático que permaneceu não reagido devido a ser geralmente usado em excesso. Além disso, a mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B contendo o diol produzido é continuamente retirada da porção
15 inferior da coluna em uma forma líquida. A mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B tendo o diol como um componente principal da mesma geralmente contém 10 a 45 % em peso de álcool monoídrico alifático residual, um traço do carbonato de dialquila, uma quantidade muito pequena (geralmente não mais que 0,2 % em peso) de carbonato cíclico não reagido,
20 uma quantidade pequena (geralmente não mais que 0,4 % em peso) de subprodutos tendo um ponto de ebulição menor do que o diol (um 2-alcoxietanol, etc.), e uma quantidade pequena (geralmente não maior do que 0,4 % em peso) de subprodutos tendo um ponto de ebulição maior do que o diol (por exemplo, um dialquilenoglicol) incluindo catalisador.

25 O material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol (o álcool monoídrico alifático, um traço do carbonato de dialquila e CO_2 subproduzido, subprodutos de ponto de ebulição baixo), e uma quantidade pequena do diol na mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B .

continuamente alimentados na coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C são, assim, continuamente retirados como o componente de topo de coluna C_T e/ou o componente de fração lateral C_S , enquanto o diol contendo o catalisador e uma quantidade pequena de subprodutos de ponto de ebulição elevado é continuamente retirada como o componente de fundo da coluna C_B . Na presente invenção, a concentração do diol no componente de fundo da coluna C_B é geralmente não menor que 95% em peso, preferivelmente não menor que 97 % em peso, mais preferivelmente não menor que 98 % em peso.

Além disso, no processo da presente invenção, uma quantidade muito pequena (geralmente não maior que 0,2 % em peso) de carbonato cíclico não reagido alimentado na coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C pode ser reagida com o diol, que está presente em uma quantidade grande na coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, para produzir um dialquileno glicol e, assim, é fácil tornar a quantidade de carbonato cíclico não reagido presente substancialmente zero; na presente invenção, o componente de fundo da coluna C_B geralmente não tendo carbonato cíclico substancialmente não reagido na mesma é continuamente obtido.

Note-se que, em geral, com o objetivo de obter um diol de pureza ultra elevada, tendo um outro teor reduzido de um aldeído, que pode estar contido no diol em quantidade de traço, ou um diol de pureza ultra elevada, tendo uma transmissividade de UV elevada, é também preferível para alimentar uma quantidade pequena de água na porção inferior da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C de acordo com o processo descrito no documento de patente 9 (pedido de patente japonesa acessível ao público 2002-308804) ou documento de patente 10 (pedido de patente japonesa acessível ao público 2004-131394).

As condições de destilação para a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C usada na presente invenção variam dependendo da forma dos internos na coluna de destilação e o número de estágios, o tipo, composição e quantidade da mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B alimentada, a pureza do diol requerido, e assim em diante. A temperatura de fundo da coluna é geralmente preferivelmente uma temperatura especificada em uma faixa de 150 a 250°C. Uma faixa de temperatura de fundo de coluna mais preferível é de 170 a 230°C, ainda mais preferivelmente de 190 a 210°C. A pressão de fundo da coluna varia dependendo da composição na coluna e a temperatura de fundo da coluna usada, mas está geralmente em uma faixa de 50.000 a 300.000 Pa, preferivelmente de 80.000 a 250.000 Pa, mais preferivelmente de 100.000 a 200.000 Pa.

Além disso, a relação de refluxo para a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C está preferivelmente em uma faixa de 0,3 a 5, mais preferivelmente de 0,5 a 3, ainda mais preferivelmente de 0,8 a 2.

Na presente invenção, o teor do diol no componente de topo da coluna C_T a partir da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C geralmente não é maior que 100 ppm, preferivelmente não maior que 50 ppm, mais preferivelmente não maior que 10 ppm, ainda mais preferivelmente não maior que 5 ppm. Na presente invenção, é mesmo possível tornar o teor do diol no componente de topo da coluna C_T ser zero.

O componente de fração lateral C_S da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C geralmente contém o álcool monoídrico alifático, subprodutos tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol (um 2-alcoxietanol, etc). o diol, e uma quantidade pequena de impurezas tendo um ponto de ebulição maior do que o do diol (por exemplo um dialquilenoglicol). A quantidade de componente de fração lateral C_S em geral não é maior que 4%, preferivelmente não maior que 3%, mais preferivelmente

não maior que 2%, da mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B alimentada na coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C.

Além disso, na presente invenção, o teor do diol no componente de fração lateral C_S pode geralmente facilmente ser levado a não ser maior que 0,5%, preferivelmente não maior que 0,4%, mais preferivelmente não maior que 0,3%, do diol alimentado dentro da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C.

Como o componente de fundo da coluna C_B a partir da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, o diol pode ser continuamente obtido contendo geralmente não mais que 2%, preferivelmente não mais que 1,5%, mais preferivelmente não mais que 1%, de subprodutos tendo um ponto de ebulição maior do que o do diol (por exemplo um dialquilenoglicol) e uma quantidade pequena de componente catalisador. O diol obtido como o componente de fundo da coluna C_B é geralmente não menor que 99,5%, preferivelmente não menor que 99,6%, mais preferivelmente não menor que 99,7% do diol alimentado dentro da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C. É um aspecto característico da presente invenção que o diol possa ser obtido com tal recuperação elevada.

Além disso, em uma forma de realização preferível da presente invenção, a reação é realizada usando materiais de partida e um catalisador não contendo um halogênio e, assim, o diol produzido pode ser levado a não conter halogênio de todo. Na presente invenção, um diol tendo um teor de halogênio de não mais que 0,1 ppm, preferivelmente não mais que 1 ppm, pode ser assim facilmente produzido.

Na presente invenção, o rendimento de reação e o rendimento de purificação são portanto elevados e, assim, o diol pode ser produzido com um rendimento elevado de geralmente não menos que 97%, preferivelmente não menos que 98%, mais preferivelmente não menos que 99%, com base no

carbonato cíclico usado.

O material constituindo cada uma das colunas de destilação contínua de estágios múltiplos A e C, que são usadas na presente invenção, é geralmente um material metálico como aço carbono ou aço inoxidável. Em termos de qualidade do carbonato de dialquila e do diol a serem produzidos, aço inoxidável é preferível.

EXEMPLOS

A seguir, apresenta-se uma descrição mais detalhada da presente invenção através de exemplos. No entanto, a presente invenção não é limitada aos seguintes exemplos. Note-se que o teor de halogênio foi medido usando cromatografia iônica.

Exemplo 1

Uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C como mostrado na FIG. 1 tendo $L_1 = 1100$ cm, $D_1 = 110$ cm, $L_1 / D_1 = 10$, $n_1 = 10$, $L_2 = 3000$ cm, $D_2 = 110$ cm, $L_2 / D_2 = 27,3$, e $n_2 = 60$ foi usada. O diâmetro interno (D_3) foi aumentado para 200 cm sobre aproximadamente 500 cm a partir do fundo da coluna e, nesta porção, foram instalados 8 estágios de bandejas de anteparo K tendo uma porção descendente e para a qual um vertedor (altura 10 cm) foi o anteparo. Ele foi projetado de modo que algum líquido foi continuamente retirado de uma porção inferior do estágio mais superior das bandejas de anteparo K, o líquido retirado sendo aquecido por um refulvedor, e então alimentado de volta em uma porção superior deste estágio. Além disso, na seção de enriquecimento, uma porção superior foi recheada com Mellapak com um número teórico de estágios de 52, um estágio de bandeja de chaminé foi instalado abaixo o Mellapak, e 8 estágios de bandejas foram providos abaixo da bandeja de chaminé. Neste exemplo, as bandejas perfuradas foram usadas como os internos na seção de extração, e bandejas perfuradas foram usadas como as bandejas na seção de

enriquecimento. Estas bandejas perfuradas têm uma área de seção transversal por orifício de aproximadamente $1,3 \text{ cm}^2$. Na seção de extração, o número de orifícios em cada das bandejas perfuradas foi de aproximadamente 250 a 300 / m^2 , e a relação de abertura estava na faixa de 3 a 4%. Além disso, na seção de enriquecimento, o número de orifícios em cada das bandejas perfuradas foi de aproximadamente 150 a 300 / m^2 , e a relação de abertura estava em uma faixa de 2,8 a 3,6%. A bandeja de chaminé tem quatro chaminés na mesma, cada uma das chaminés tendo $S =$ aproximadamente 500 cm^2 e $h = 25 \text{ cm}$, e a relação de abertura estando em uma faixa de 18 a 25%. A bandeja de chaminé tem uma porção descendente, a altura do vertedor sendo de 10 cm.

Um material de partida contendo carbonato de etileno (EC) e metanol (MeOH) (relação molar MeOH / EC = 8,4) e um catalisador (KOH em etileno glicol submetido a tratamento térmico de desidratação; K concentração 0,1% em peso com base em EC) foi continuamente alimentado em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A, e a destilação reativa foi realizada, assim 3,205 toneladas/h de um componente de fundo de coluna A_B foram continuamente retiradas. A conversão de carbonato de etileno foi de 100%, e a seletividade de etileno glicol foi de 99,8%. O componente do fundo de coluna A_B , que continha 0,99 toneladas/h de metanol, 0,001 tonelada/h de carbonato de dimetila, 0,009 tonelada/h de 2-metoxietanol, 2,186 toneladas/h de etileno glicol, e 0,019 toneladas/h de dietileno glicol e o componente de catalisador, foi continuamente alimentado em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C a partir de uma entrada. Esta entrada foi instalada entre as bandejas nos 10º. e 11º. estágios a partir do fundo da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C.

A coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C foi operada continuamente com uma temperatura do fundo de coluna de aproximadamente 200°C , uma pressão do topo da coluna de aproximadamente

11000 Pa, e uma relação de refluxo de 0,9. Além disso, o nível líquido do fundo da coluna foi mantido abaixo da mais inferior das bandejas K.

Foi possível atingir uma operação estável em estado uniforme após 24 horas. opera

5 Um componente de topo de coluna C_T contendo 0,968 toneladas/h de metanol, e 0,001 tonelada/h de carbonato de dimetila, um componente de fração lateral C_S contendo 0,022 tonelada/h de metanol, 0,009 tonelada/h de 2-metoxietanol, e 0,004 tonelada/h de etileno glicol, e um
10 componente de fundo de coluna C_B contendo 2,182 toneladas/h de etileno glicol, e 0,019 tonelada/h de dietileno glicol, componente de catalisador e subprodutos de ponto de ebulição elevado foram continuamente retirados da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C.

O teor de etileno glicol no componente do topo da coluna C_T não foi maior que 5 ppm, isto é, substancialmente zero. Além disso, o teor de
15 etileno glicol no componente de fração lateral C_S foi de 0,18% do etileno glicol alimentado na coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C.

A concentração de etileno glicol no componente do fundo da coluna C_B foi de 99,1% em peso. Além disso, 99,82% do etileno glicol alimentado na coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C foram
20 recuperados como o componente do fundo da coluna C_B . O rendimento do etileno glicol com base no carbonato de etileno foi de 99,6%.

Operação contínua prolongada foi realizada sob estas condições. Após 500 h, 2000 h, 4000 h, 5000 h, e 6000 h, as quantidades produzidas de etileno glicol por hora foram de 2,182 t, 2,182 toneladas, 2,182 toneladas,
25 2,182 toneladas, e 2,182 toneladas e, assim, a operação foi muito estável.

Exemplo 2

Um material de partida contendo carbonato de etileno (3,565 toneladas/h) e metanol (relação molar MeOH / EC = 8) e um catalisador

(KOH em etileno glicol submetido a tratamento térmico de desidratação; K concentração 0,1% em peso com base em EC) foi continuamente alimentado em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A, e a destilação reativa foi realizada, assim carbonato de dimetila e etileno glicol foram produzidos com resultados de reação similares aos do exemplo 1, um componente do fundo de coluna A_B tendo etileno glicol como um componente principal do mesmo sendo continuamente retirado. O etileno glicol foi separado por destilação usando a mesma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C como no exemplo 1 e um processo similar.

Foi possível atingir uma operação estável em estado uniforme após 24 horas.

O componente do fundo de coluna C_B, que foi continuamente retirado da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C a 2,472 toneladas/h, continha 2,439 toneladas/h de etileno glicol, e 0,033 tonelada/h de dietileno glicol, componente de catalisador e subprodutos de ponto de ebulição elevado. A concentração de etileno glicol no componente do fundo de coluna C_B foi de 99,1% em peso. Além disso, 99,8% do etileno glicol alimentado na coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C foram recuperados como o componente do fundo de coluna C_B. O rendimento de etileno glicol com base no carbonato de etileno foi de 99,5%.

Operação contínua prolongada foi realizada sob estas condições. Após 1000 h, 2000 h, 3000 h, e 5000 h, as quantidades produzidas de etileno glicol por hora foram de 2,439 toneladas, 2,439 toneladas, 2,439 toneladas, e 2,439 toneladas e, assim, a operação foi muito estável.

Exemplo 3

Uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C muito similar à usada no exemplo 1 foi usada. No entanto, o número de orifícios em cada das bandejas perfuradas na seção de extração e a seção de

enriquecimento foi de aproximadamente 550 a 650 / m², e a relação de abertura estava em uma faixa de 6,5 a 8,5%.

Um material de partida contendo carbonato de etileno (8,20 toneladas/h) e metanol (relação molar MeOH / EC = 9) e um catalisador (KOH em etileno glicol submetido ao tratamento térmico de desidratação; K concentração 0,1% em peso com base em EC) foi continuamente alimentado em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A, e a destilação reativa foi realizada, assim carbonato de dimetila e etileno glicol foram produzidos com resultados de reação similares aos do exemplo 1, um componente do fundo de coluna A_B tendo etileno glicol como um componente principal do mesmo sendo continuamente retirado. O etileno glicol foi separado por destilação usando a mesma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C e um processo similar ao exemplo 1.

Foi possível atingir uma operação estável de estado uniforme após 24 horas.

O componente do fundo de coluna C_B, que foi continuamente retirado da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C a 5,852 toneladas/h, contendo 5,754 toneladas/h de etileno glicol, e 0,098 tonelada/h de dietileno glicol, componente de catalisador e subprodutos de ponto de ebulição elevado. A concentração de etileno glicol no componente do fundo de coluna C_B foi de 98,3% em peso. Além disso, 99,8% do etileno glicol alimentado na coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C foram recuperados como o componente do fundo de coluna C_B. O rendimento etileno glicol com base no carbonato de etileno foi de 99,6%.

Operação contínua prolongada foi realizada sob estas condições. Após 500 h, 1000 h, e 1500 h, as quantidades produzidas de etileno glicol por hora foram de 5,754 toneladas, 5,754 toneladas, e 5,754 toneladas, e assim a operação foi muito estável.

Aplicabilidade Industrial

De acordo com a presente invenção, provê-se um aparelho industrial e um processo de produção industrial específicos que são baratos e que permitem que um diol seja produzido em uma quantidade de não menos que 1 tonelada/h, preferivelmente não menos que 2 toneladas/h, mais preferivelmente 3 toneladas/h, de modo estável durante um período prolongado de tempo (por exemplo, não menos que 1000 h, preferivelmente não menos que 3000 h, mais preferivelmente não menos que 5000 horas) tomando-se um carbonato cíclico e um álcool monoídrico alifático como materiais de partida, continuamente alimentando os materiais de partida dentro de uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A em que um catalisador está presente, realizando a destilação reativa na coluna A, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição baixo A_T contendo um carbonato de dialquila produzido e o álcool monoídrico alifático a partir de uma porção superior da coluna A em uma forma gasosa, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B contendo um diol produzido a partir de uma porção inferior da coluna A em uma forma líquida, então continuamente alimentando a mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B dentro de uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C para separar o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol contido na mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B , continuamente obtendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente do topo de coluna C_T e um componente de fração lateral C_S , e continuamente obtendo o diol substancialmente não contendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente do fundo de coluna C_B . A presente invenção é assim muito útil de um ponto de vista industrial.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo industrial para a produção de um diol em que um diol é produzido tomando-se um carbonato cíclico e um álcool monoídrico alifático como materiais de partida, continuamente alimentando os materiais de partida em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A em que está presente um catalisador, realizando a destilação reativa na referida coluna A, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição baixo A_T contendo um carbonato de dialquila produzido e o referido álcool monoídrico alifático a partir de uma porção superior da coluna A em uma forma gasosa, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B contendo um diol produzido a partir de uma porção inferior da coluna A em uma forma líquida, então continuamente alimentando referida mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C para separar material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol contido na referida mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B , continuamente obtendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente do topo de coluna C_T e um componente de fração lateral C_S , e continuamente obtendo o diol substancialmente não contendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente do fundo de coluna C_B , caracterizado pelo fato de que o aperfeiçoamento compreende:

(a) referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C compreende uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos compreendendo uma seção de extração tendo um comprimento L_1 (cm), um diâmetro interno D_1 (cm) e um interno com um número de estágios n_1 dentro da mesma, e uma seção de enriquecimento tendo um comprimento L_2 (cm), um diâmetro interno D_2 (cm) e um interno com um número de estágios n_2 dentro da mesma, em que L_1 , D_1 , n_1 , L_2 , D_2 , e n_2 atendem às seguintes

fórmulas (1) a (9):

$$300 \leq L_1 \leq 3000 \quad (1)$$

$$50 \leq D_1 \leq 700 \quad (2)$$

$$3 \leq L_1 / D_1 \leq 30 \quad (3)$$

$$5 \quad 3 \leq n_1 \leq 30 \quad (4)$$

$$1000 \leq L_2 \leq 5000 \quad (5)$$

$$50 \leq D_2 \leq 500 \quad (6)$$

$$10 \leq L_2 / D_2 \leq 50 \quad (7)$$

$$20 \leq n_2 \leq 100 \quad (8) \text{ e}$$

$$10 \quad D_2 \leq D_1 \quad (9);$$

(b) a seção de enriquecimento da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tem pelo menos uma bandeja de chaminé instalada na mesma como um interno, referida bandeja de chaminé tendo instalado na mesma uma ou mais chaminés tendo, cada, uma abertura tendo
15 uma área de seção transversal $S \text{ (cm}^2\text{)}$ atendendo à fórmula (10):

$$200 \leq S \leq 1000 \quad (10),$$

e cada uma das chaminés sendo tal que uma altura $h \text{ (cm)}$ da referida abertura da referida chaminé para uma saída de gás da referida chaminé atende à fórmula (11):

$$20 \quad 10 \leq h \leq 80 \quad (11); \text{ e}$$

(c) uma saída de fração lateral é conectada a uma porção de coleta de líquido da referida bandeja de chaminé da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C.

25 2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que uma quantidade produzida do diol não é menor do que 1 tonelada/h.

3. Processo de acordo com a reivindicação 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que uma pluralidade (n_3 estágios) de bandejas K são ainda

providas em uma porção inferior dos internos em uma porção mais inferior da seção de extração que está em uma porção inferior da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, um líquido é continuamente retirado de um estágio mais superior das referidas bandejas K, e após conferir
 5 o calor requerido para destilação em um refulvador, o líquido aquecido é retornado à coluna de destilação C a partir de uma abertura de alimentação provida entre o estágio mais superior das bandejas K e o interno na porção mais inferior da seção de extração, enquanto um resto do líquido é alimentado em uma bandeja inferior em seqüência.

10 4. Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo fato de que cada uma das bandejas K é uma bandeja de anteparo.

5 5. Processo de acordo com as reivindicações 3 ou 4, caracterizado pelo fato de que um diâmetro interno D_3 da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C onde as bandejas K estão
 15 presentes atende a $D_1 \leq D_3$.

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 3 a 5, caracterizado pelo fato de que L_1 , D_1 , L_1 / D_1 , n_1 , L_2 , D_2 , L_2 / D_2 , n_2 e n_3 para a referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C atendem respectivamente $500 \leq L_1 \leq 2000$, $70 \leq D_1 \leq 500$, $5 \leq L_1 / D_1 \leq 20$, $5 \leq n_1 \leq$
 20 20 , $1500 \leq L_2 \leq 4000$, $70 \leq D_2 \leq 400$, $15 \leq L_2 / D_2 \leq 40$, $30 \leq n_2 \leq 90$, e $3 \leq n_3 \leq 20$.

7. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 6, caracterizado pelo fato de que o interno na seção de extração da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C e o interno excluindo a
 25 bandeja de chaminé na seção de enriquecimento são bandejas e/ou recheios.

8. Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo fato de que o interno na seção de extração da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C é a bandeja, e o interno excluindo a bandeja

de chaminé na seção de enriquecimento são bandejas e/ou recheios estruturados.

9. Processo de acordo com a reivindicação 7 ou 8, caracterizado pelo fato de que referida bandeja é uma bandeja perfurada.

5 10. Processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo fato de que referida bandeja perfurada tem 100 a 1000 orifícios / m² em uma porção perfurada da mesma, e uma área de seção transversal por orifício em uma faixa de 0,5 a 5 cm².

10 11. Processo de acordo com a reivindicação 9 ou 10, caracterizado pelo fato de que uma relação de abertura (uma relação de uma área de seção transversal total do orifício em um estágio de bandeja para uma área da bandeja) da referida bandeja perfurada na seção de enriquecimento da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C está em uma faixa de 2 a 15%.

15 12. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 9 a 11, caracterizado pelo fato de que uma relação de abertura (uma relação de uma área de seção transversal total do orifício em um estágio de bandeja em uma área da bandeja) da referida bandeja perfurada na seção de enriquecimento da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C está em uma faixa de 1,5 a 12%.

20 13. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 12, caracterizado pelo fato de que uma relação de abertura (uma relação de uma área de seção transversal total da abertura na chaminé para uma área da bandeja de chaminé incluindo uma área de seção transversal total da abertura) da referida bandeja de chaminé está em uma faixa de 10 a 40%.

25 14. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 13, caracterizado pelo fato de que referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tem um temperatura de fundo de coluna em uma faixa de

150 a 250°C.

15. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 14, caracterizado pelo fato de que referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tem uma pressão de topo de coluna em uma faixa de 50.000 a 30.0000 Pa.

16. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 15, caracterizado pelo fato de que a coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tem uma relação de refluxo em uma faixa de 0,3 a 5:

17. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 16, caracterizado pelo fato de que um teor do diol no referido componente de topo de coluna C_T não é maior do que 100 ppm.

18. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 17, caracterizado pelo fato de que um teor do diol no referido componente de fração lateral C_S não é maior do que 0,5% do diol alimentado na referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C.

19. Coluna de destilação contínua de estágios múltiplos sendo uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C para produzir um diol tomando-se um carbonato cíclico e um álcool monoídrico alifático como materiais de partida, continuamente alimentando os materiais de partida em uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos A em que está presente um catalisador, realizando a destilação reativa na referida coluna A, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição baixo A_T contendo um carbonato de dialquila produzido e o álcool monoídrico alifático a partir de uma porção superior da coluna A em uma forma gasosa, continuamente retirando uma mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B contendo um diol produzido a partir de uma porção inferior da coluna A em uma forma líquida, então continuamente alimentando a referida mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B em uma coluna de destilação

contínua de estágios múltiplos C para separar material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol contido na referida mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B , continuamente obtendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente do topo de coluna C_T e um componente de fração lateral C_S , e continuamente obtendo o diol substancialmente não contendo o material tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol como um componente do fundo de coluna C_B , caracterizada pelo fato de que o aperfeiçoamento compreende:

(a) referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C compreende uma coluna de destilação compreendendo uma seção de extração tendo um comprimento L_1 (cm), um diâmetro interno D_1 (cm) e um interno com um número de estágios n_1 dentro da mesma, e uma seção de enriquecimento tendo um comprimento L_2 (cm), um diâmetro interno D_2 (cm) e um interno com um número de estágios n_2 dentro da mesma, em que L_1 , D_1 , n_1 , L_2 , D_2 , e n_2 atendem às seguintes fórmulas (1) a (9):

$$300 \leq L_1 \leq 3000 \quad (1)$$

$$50 \leq D_1 \leq 700 \quad (2)$$

$$3 \leq L_1 / D_1 \leq 30 \quad (3)$$

$$3 \leq n_1 \leq 30 \quad (4)$$

$$1000 \leq L_2 \leq 5000 \quad (5)$$

$$50 \leq D_2 \leq 500 \quad (6)$$

$$10 \leq L_2 / D_2 \leq 50 \quad (7)$$

$$20 \leq n_2 \leq 100 \quad (8) \text{ e}$$

$$D_2 \leq D_1 \quad (9);$$

(b) a seção de enriquecimento da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tem pelo menos uma bandeja de chaminé instalada na mesma como um interno, a bandeja de chaminé tendo instalado na mesma uma ou mais chaminés cada tendo uma abertura tendo uma área de

seção transversal S (cm²) atendendo à fórmula (10):

$$200 \leq S \leq 1000 \quad (10),$$

e cada uma das chaminés sendo de modo que uma altura h (cm) da referida abertura da referida chaminé para uma saída de gás da referida chaminé atende à fórmula (11):

$$10 \leq h \leq 80 \quad (11); e$$

(c) uma saída de fração lateral é conectada a uma porção de coleta de líquido da referida bandeja de chaminé da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C.

20. Coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com a reivindicação 19, caracterizada pelo fato de que uma pluralidade (n_3 estágios) de bandejas K são ainda providas em uma porção inferior dos internos em uma porção mais inferior da seção de extração que está em uma porção inferior da referida coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, um líquido é continuamente retirado de um estágio mais superior das bandejas K, e após conferir o calor requerido para destilação em um refulvedor, o líquido aquecido é retornado à coluna de destilação C a partir de uma abertura de alimentação provida entre o estágio mais superior das bandejas K e o interno na porção mais inferior da seção de extração, enquanto um resto do líquido é alimentado em uma bandeja inferior em seqüência.

21. Coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com a reivindicação 20, caracterizada pelo fato de que cada uma das bandejas K é uma bandeja de anteparo.

22. Coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com a reivindicação 20 ou 21, caracterizada pelo fato de que um diâmetro interno D_3 da referida coluna onde as bandejas K estão presentes atende a $D_1 \leq D_3$.

23. Coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com qualquer uma das reivindicações 19 a 22, caracterizada pelo fato de que L_1 , D_1 , L_1 / D_1 , n_1 , L_2 , D_2 , L_2 / D_2 , n_2 , e n_3 atendem respectivamente a $500 \leq L_1 \leq 2000$, $70 \leq D_1 \leq 500$, $5 \leq L_1 / D_1 \leq 20$, $5 \leq n_1 \leq 20$, $1500 \leq L_2 \leq 4000$, $70 \leq D_2 \leq 400$, $15 \leq L_2 / D_2 \leq 40$, $30 \leq n_2 \leq 90$, e $3 \leq n_3 \leq 20$.

24. Coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com qualquer uma das reivindicações 19 a 23, caracterizada pelo fato de que o interno na seção de extração da seção de extração e o interno excluindo a bandeja de chaminé na seção de enriquecimento são bandejas e/ou recheios.

25. Coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com a reivindicação 24, caracterizada pelo fato de que o interno na seção de extração é uma bandeja e o interno, excluindo a bandeja de chaminé na seção de enriquecimento, é uma bandeja e/ou um recheio estruturado.

26. Coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com a reivindicação 24 ou 25, caracterizada pelo fato de que a referida bandeja é uma bandeja perfurada.

27. Coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com a reivindicação 26, caracterizada pelo fato de que referida bandeja perfurada tem de 100 a 1000 orifícios / m^2 em uma porção perfurada da mesma, e uma área de seção transversal por orifício em uma faixa de 0,5 a 5 cm^2 .

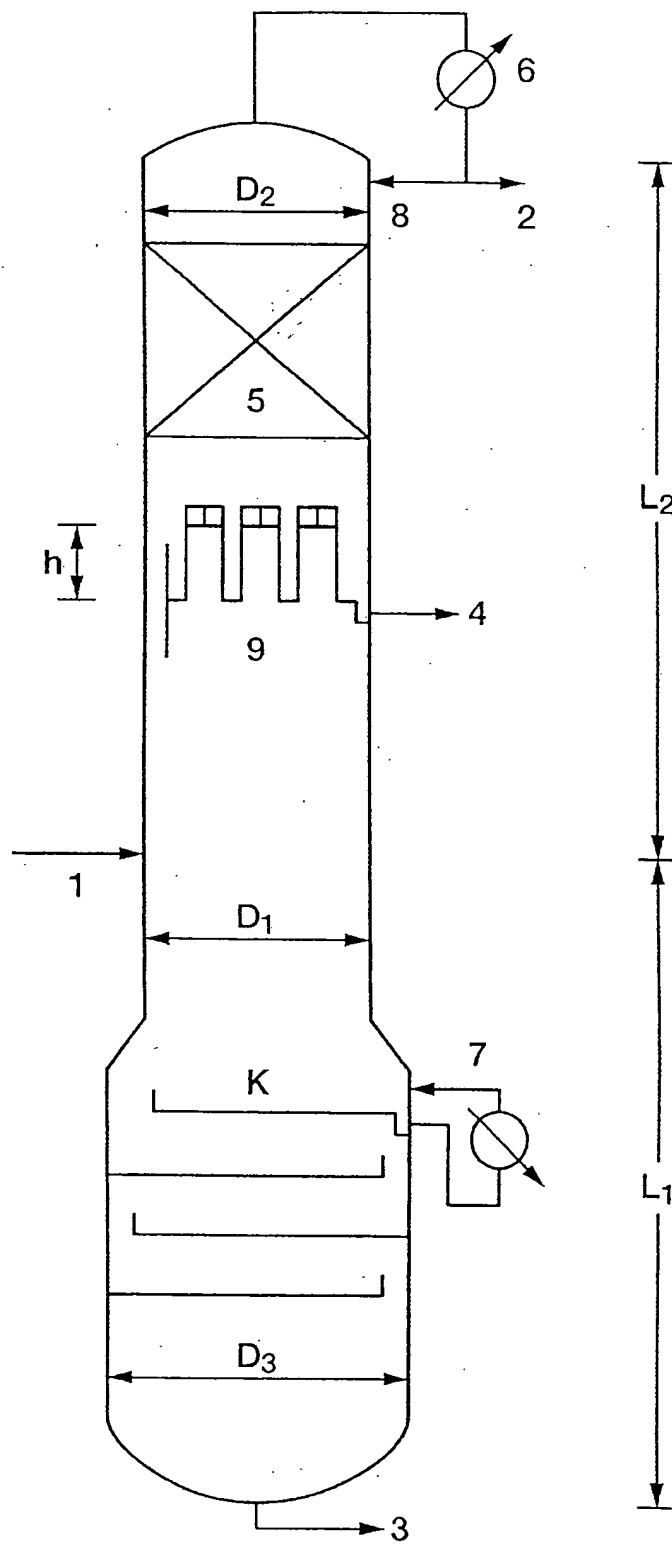
28. Coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com a reivindicação 26 ou 27, caracterizada pelo fato de que uma relação de abertura (uma relação de uma área de seção transversal total do orifício em um estágio de bandeja para uma área da bandeja) da referida bandeja perfurada na seção de extração está em uma faixa de 2 a 15%.

29. Coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de

acordo com qualquer uma das reivindicações 26 a 28, caracterizada pelo fato de que uma relação de abertura (uma relação de uma área de seção transversal total do orifício em um estágio de bandeja para uma área da bandeja) das referidas bandejas perfuradas na seção de enriquecimento está em uma faixa de 1,5 a 12%.

5 30. Coluna de destilação contínua de estágios múltiplos de acordo com qualquer uma das reivindicações 19 a 29, caracterizada pelo fato de que uma relação de abertura (uma relação de uma área de seção transversal total de abertura nas chaminés para uma área da bandeja de chaminé incluindo
10 uma área de seção transversal total de abertura) da referida bandeja de chaminé está em uma faixa de 10 a 40%.

FIG.1



RESUMO

"PROCESSO INDUSTRIAL PARA A PRODUÇÃO DE UM DIOL, E, COLUNA DE DESTILAÇÃO CONTÍNUA DE ESTÁGIOS MÚLTIPLOS"

É um objeto da presente invenção prover um aparelho e processo
5 específicos para produzir um diol tomando-se um carbonato cíclico e um
álcool monoídrico alifático como materiais de partida, continuamente
alimentando os materiais de partida em uma coluna de destilação contínua de
estágios múltiplos A em que está presente um catalisador, realizando a
destilação reativa na coluna A, continuamente retirando uma mistura de
10 reação de ponto de ebulição baixo A_T contendo um carbonato de dialquila
produzido e o álcool monoídrico alifático a partir de uma porção superior da
coluna A em uma forma gasosa, continuamente retirando uma mistura de
reação de ponto de ebulição elevado A_B contendo um diol produzido a partir
de uma porção inferior da coluna A em uma forma líquida, continuamente
15 alimentando a mistura de reação de ponto de ebulição elevado A_B em uma
coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C, destilando o material
tendo um ponto de ebulição menor do que o do diol contido na mistura de
reação de ponto de ebulição elevado A_B como um componente do topo de
coluna C_T e um componente de fração lateral C_S de modo a obter um
20 componente do fundo de coluna C_B , continuamente alimentando o
componente do fundo de coluna C_B em uma coluna de destilação contínua de
estágios múltiplos C, e obtendo o diol como um componente de fração lateral
 E_S a partir de uma saída de fração lateral da coluna de destilação contínua de
estágios múltiplos C. Além disso, é um objeto prover, assim, uma aparelho
25 industrial e processo de produção industrial específicos que são baratos e, por
exemplo, permitem que o diol seja produzido em uma quantidade de não
menos que 1 tonelada/hora, preferivelmente não menos que 2 toneladas/hora,
mais preferivelmente 3 toneladas/hora, de modo estável durante um período

prolongado de tempo (por exemplo, não menos que 1000 h, preferivelmente não menos que 3000 horas, mais preferivelmente não menos que 5000 horas). De acordo com a presente invenção, os objetos acima podem ser atingidos por uso de uma coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C tendo uma estrutura especificada, e retirando um componente líquido a partir da saída de fração lateral, que é instalada no fundo da uma bandeja de chaminé tendo uma estrutura especificada instalada em uma seção de enriquecimento da coluna de destilação contínua de estágios múltiplos C.