



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

(21) **PI 0620717-0 A2**

(22) Data de Depósito: 13/12/2006
(43) Data da Publicação: 18/09/2012
(RPI 2176)



(51) *Int.Cl.:*
B01D 1/26
B01D 3/14

(54) Título: PROCESSO PARA SEPARAR PELO MENOS UM PROPILENO GLICOL A PARTIR DE UMA MISTURA

(30) Prioridade Unionista: 23/02/2006 US 60/775789, 29/12/2005 IT MI 2005 A 002524

(73) Titular(es): Basf SE, The Dow Chemical Company

(72) Inventor(es): Anna Forlin, Armin Diefenbacher, Hans-Georg Göbbel, Hartwig Voss, Henning Schultz, Renate Patrascu, Stefan Bitterlich

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

(86) Pedido Internacional: PCT EP2006069647 de 13/12/2006

(87) Publicação Internacional: WO 2007/074066de 05/07/2007

(57) Resumo: PROCESSO PARA SEPARAR PELO MENOS UM PROPILENO GLICOL A PARTIR DE UMA MISTURA. A presente invenção refere-se a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, o citado processo compreendendo: (I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M''); (II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água.

“PROCESSO PARA SEPARAR PELO MENOS UM PROPILENO GLICOL A PARTIR DE UMA MISTURA”

Fundamentos da invenção

5 Dentre as publicações sobre o tema da preparação de óxido de propileno, há apenas umas poucas que se referem ao tratamento de água residual e a recuperação de subprodutos da mistura reacional.

WO 2004/000773 refere-se a um processo para separar 1-
10 metóxi-2-propanol e 2-metóxi-1-propanol de composições aquosas, compreendendo: remoção de água da composição aquosa compreendendo 1-
15 metóxi-2-propanol e 2-metóxi-1-propanol para uma concentração de 1-
metóxi-2-propanol e 2-metóxi-1-propanol de pelo menos 90 por cento em peso no total e isolamento de 1-metóxi-2-propanol, 2-metóxi-1-propanol ou suas misturas por meio de destilação. De acordo com WO 2004/000773, remoção de água de composição aquosa pode ser realizada por uma separação
20 por membrana. Deste modo a composição aquosa compreendendo 2-metóxi-1-propanol e 1-metóxi-2-propanol é contatada com uma membrana hidrofílica, semi-permeável em uma aparelhagem adequada quer em fase líquida como etapa de pervaporização quer em fase gasosa como etapa de permeação de vapor. Através da membrana semi-permeável é estabelecida
25 uma diferença de pressão. O permeato substancialmente conterà água e apenas uma quantidade menor de 1-metóxi-2-propanol e 2-metóxi-1-propanol. De acordo com WO 2004/000773, a quantidade maior de 1-metóxi-2-propanol e 2-metóxi-1-propanol alimentada à aparelhagem não passará pela membrana e pode ser coletada como um retido com um teor de água reduzido.

US 5.599.955 proporciona um processo integrado para a produção de óxido de propileno a partir de uma corrente de alimentação alternativa tal como gás de síntese. No processo, óxido de propileno é produzido de uma corrente de alimentação compreendendo hidrogênio e um óxido de carbono. A corrente de propileno é epoxidada com peróxido de

hidrogênio que tem sido produzido do hidrogênio separado de uma porção da corrente de alimentação. A corrente de água usada pela reação de epoxidação é tratada para remover componentes pesados e retornada para a zona de produção de peróxido de hidrogênio. O reciclo de água usada da zona de reação de epoxidação e a remoção de compostos pesados elimina uma corrente de água de valor baixo e a recuperação de hidrocarbonetos pesados da mesma produz um produto secundário valioso. A corrente de água usada é passada em uma zona de separação tal como um evaporador, uma zona de destilação ou uma zona de sorção.

10 US 2002/010378 descreve um processo compósito para submeter etileno à oxidação catalítica em fase gasosa obtendo deste modo óxido de etileno e fazendo com que este óxido de etileno reaja com água obtendo desta maneira etileno glicol. Na produção de etileno glicol pelo fornecimento da solução aquosa de etileno glicol a um tratamento de
15 concentração no evaporador de multi-efeito, o método contemplado por US 2002/010378 para a produção de etileno glicol compreende a utilização como a fonte de aquecimento de pelo menos uma etapa específica da corrente gerada no evaporador de multi-efeito.

20 US 6.288.287 descreve um processo para preparar um glicerol a partir de um glicerol bruto compreendendo um glicerol, um diol e água, compreendendo alimentar o glicerol bruto a uma aparelhagem de preparação compreendendo duas ou mais torres de vaporização rápida serialmente conectadas e uma torre de destilação conectada em uma torre de vaporização rápida final, no qual uma fração de fundo de cada torre de vaporização rápida
25 é alimentada a uma subseqüente torre de vaporização rápida. De acordo com US 6.288.287, é proporcionado um processo para preparar um glicerol a partir de um glicerol bruto compreendendo duas ou mais torres de vaporização rápida serialmente conectadas e uma torre de destilação conectada em uma torre de vaporização rápida final, no qual uma fração de fundo de cada torre

de vaporização rápida é alimentada a uma subsequente torre de vaporização rápida.

US 5.269.933 e EP 0.532.905 A descrevem um método para separação de uma mistura de um fluido orgânico e água, tal como ácidos carboxílicos, incluindo, por exemplo, ácido acético, ácido propiônico, aminas aromáticas, incluindo, por exemplo anilina, fenol, e glicerina. O método é uma combinação de uma destilação, uma pervaporização seletiva de água e uma osmose reversa e é particularmente adequado para a separação de glicol e água. O processo de acordo com US 5.269.933 compreende destilação da mistura, realização de uma pervaporização seletiva de água para produto de fundo obtido da etapa de destilação para obter um resíduo e permeato, aplicação de uma osmose reversa em pelo menos o destilado para obter um resíduo e permeato, e alimentação do resíduo obtido da osmose reversa para realizar sobre o mesmo a etapa de destilação, de tal modo que o fluido orgânico segregado esteja presente como resíduo da pervaporização seletiva de água, e a água segregada está presente como o permeato da etapa de pervaporização seletiva de água bem como o permeato da etapa de osmose reversa.

De acordo com EP 0 324 915 A, materiais valiosos podem ser separados de soluções aquosas por extração e/ou destilação; a solução pode ser previamente concentrada por osmose reversa. Os materiais valiosos são separados apenas por destilação após concentração da solução por opcionalmente osmose reversa de multi-estágios. De acordo com o processo descrito em EP 0.324.915 A, o material valioso deixa a coluna de destilação com a corrente de fundo ou a corrente de topo.

US 6.712.882 descreve um processo para tratar água residual de um processo industrial para produzir óxido de propileno, cujo processo envolve as etapas de: (a) submeter a água residual a um tratamento de evaporação de multi-efeito resultando em uma fração de topo aquosa e uma

fração de fundo líquida contendo os contaminantes não-voláteis; e (b) condensar pelo menos parte da fração de topo vaporosa em uma corrente líquida que é submetida a um tratamento de extração resultando em uma corrente de topo contendo material orgânico residual volátil e água purificada como a corrente líquida.

Conseqüentemente, a arte anterior descreve várias opções para tratar água residual compreendendo compostos orgânicos.

Um objetivo da presente invenção é proporcionar um processo para recuperar propileno-glicol de uma mistura compreendendo propileno glicol e água.

Ainda outro objetivo da presente invenção é proporcionar um processo para recuperar propileno glicol de uma mistura compreendendo propileno glicol e água com rendimento melhorado e desempenho de longa duração melhorado.

Ainda outro objetivo da presente invenção é proporcionar um processo para recuperar propileno glicol de uma mistura compreendendo propileno glicol e água, no qual esta mistura é obtida como um subproduto de um processo de epoxidação onde propeno é oxidado para obter óxido de propileno.

Sumário da invenção

Portanto, a presente invenção proporciona um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar a mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar a mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo

menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água.

A presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água,

no qual a mistura (M'') é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

A presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água;

(III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura

(M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação.

A presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

5 (I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

10 (II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água,

15 no qual a mistura (M-I) é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

A presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

20 (I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

25 (II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água,

no qual as mistura (M'') e mistura (M-I) são combinadas e adicionalmente separadas em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos

90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

A presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água;

(III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação,

no qual a mistura (M-I) é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

A presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo

menos do que 30% em peso de água,

no qual a mistura (M) é obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propileno compreendendo a etapa de

(a) reagir propileno com um hidroperóxido na presença de
5 pelo menos um solvente e pelo menos um catalisador para obter uma mistura (M-a) compreendendo óxido de propileno.

A presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

10 (I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos
15 uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água,

no qual na etapa (I) três estágios de evaporação (E1) a (E3) são realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de

20 (E1) 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 155°C,
(E2) 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C,
(E3) 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

A presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo
25 água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água;

5 (III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação;

no qual na etapa (I) três estágios de evaporação (E1) a (E3) são realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de

(E1) 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 155°C,

10 (E2) 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C,

(E3) 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

A presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

15 (I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos
20 uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água;

(III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação,

25 no qual a mistura (M-I) é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa, e

no qual na etapa (I) três estágios de evaporação (E1) a (E3) são

realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de

- (E1) 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 155°C,
- (E2) 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C,
- (E3) 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

5 A presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos
10 evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo
15 menos do que 30% em peso de água;

no qual a mistura (M-I) é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa;

20 no qual a mistura (M) é obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propileno compreendendo a etapa de

(a) reagir propileno com um hidroperóxido na presença de pelo menos um solvente e pelo menos um catalisador para obter uma mistura (M-a) compreendendo óxido de propileno; e

25 no qual na etapa (I) três estágios de evaporação (E1) a (E3) são realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de

- (E1) 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 155°C,
- (E2) 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C,
- (E3) 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

Descrição Detalhada da Invenção

De acordo com a presente invenção, o processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol compreende duas etapas. Em uma primeira etapa (I),
5 uma mistura (M') é obtida, que é então submetida a uma segunda etapa (II). De acordo com a presente invenção, o processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol compreende

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de
10 evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo
15 pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água.

Em etapa (I), uma mistura (M'') é obtida a qual pode ser adicionalmente separada por meio de osmose reversa.

A presente invenção portanto também se refere a um processo
20 para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de
25 evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo

menos do que 30% em peso de água;

no qual a mistura (M'') é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

De acordo com a etapa (I), a mistura é evaporada em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M''). Preferivelmente, a mistura é evaporada em 2 a 6 estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação, em particular 3, 4 ou 5 estágios de evaporação e/ou de destilação, preferivelmente 3 estágios de evaporação e/ou de destilação. Também é possível combinar o último estágio de evaporação ou destilação de acordo com a etapa (I) com a destilação de acordo com a etapa (II).

Os evaporadores e/ou colunas de destilação são operados em temperaturas e pressões operacionais decrescentes. Preferivelmente um primeiro estágio de evaporação ou destilação é operado em uma pressão de 150 a 550 kPa, preferivelmente 200 a 500 kPa, em particular 250 a 450 kPa, por exemplo 280, 290, 300, ou 320 kPa bar; e em uma temperatura de 111 a 156°C, preferivelmente 120 a 152 °C, em particular 127 a 148°C, mais preferivelmente 130 a 140°C.

Preferivelmente um segundo estágio de evaporação ou destilação é operado em uma pressão de 130 a 500 kPa, preferivelmente 140 a 400 kPa, em particular 150 a 300 kPa, por exemplo 180, 190, 200, 210, ou 220 kPa; e em uma temperatura de 107 a 152°C, preferivelmente 110 a 144 °C, em particular 111 a 134°C, mais preferivelmente 118 a 125°C.

Preferivelmente um terceiro estágio de evaporação ou destilação é operado em uma pressão de 70 a 400 kPa, preferivelmente 80 a

300 kPa, em particular 90 a 200 kPa, por exemplo 100, 110, 120, 130, ou 140 kPa; e em uma temperatura de 90 a 144°C. preferivelmente 95 a 135 °C, em particular 90 a 125°C, mais preferivelmente 105 a 115°C.

5 No caso de um quarto estágio de evaporação e/ou destilação ser realizado, quarto estágio de evaporação e/ou destilação é preferivelmente operado em uma pressão de 100 a 150 kPa, preferivelmente 20 a 120 kPa, em particular 30 a 100 kPa, por exemplo 40, 50, 60, 70, ou 80 kPa; e em uma temperatura de 70 a 115°C, preferivelmente 75 a 110 °C, em particular 75 a 100°C.

10 Mistura (M) é tratada em uma série de tratamentos de evaporação e/ou destilação em estágios subseqüentes em pressões progressivamente menores.

15 Devido ao gradiente de pressão entre os estágios subseqüentes há um decréscimo resultante em temperatura de ebulição em estágios sucessivos. Este gradiente permite que os vapores em condensação de uma seção sejam usados como o meio de aquecimento para o estágio seguinte. Assim, um estágio como usado neste contexto é uma seção de um evaporador de multi-estágios aquecido preferivelmente pelo vapor, preferivelmente vapor de água e também libera vapor para uma seção subseqüente, onde ele é usado para fornecer pelo menos parte do calor de evaporação necessário. O produto líquido restante de um estágio é a alimentação líquida preferivelmente mais concentrada para o estágio seguinte.

20 Os pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação usados para o propósito da presente invenção podem ser operados em um denominado modo de alimentação adiante: a alimentação de matéria-prima é introduzida no primeiro estágio e é passada de estágio para estágio paralela ao fluxo de vapor, preferivelmente fluxo de vapor de água, enquanto que o “produto” líquido é removido do último estágio. Também é possível operar o processo de evaporação em um denominado modo de contra-corrente.

Alternativamente, a evaporação de multi-estágios pode ser realizada em um denominado modo paralelo, que envolve dividir a alimentação de água residual sobre os estágios diferentes do trem de evaporação.

Em geral, um estágio possuirá uma saída de vapor e uma saída de líquido bem como meio de aquecimento para proporcionar o calor de evaporação. Tal meio de aquecimento poderia, por exemplo, estar na forma de um reevaporador arranjado na parte líquida (i.e. de fundo) do estágio. Alternativamente, meio de aquecimento pode estar na forma de superfícies de aquecimento tais como placas ou tubos. Todos tais meios de aquecimento possuem em comum que sua entrada de calor é fornecida pelo vapor do estágio prévio. O fornecimento de calor para o primeiro estágio de um evaporador de multi-estágios normalmente será proporcionado por vapor de água fresco ou por outra corrente de processo capaz de proporcionar o calor na temperatura correta. O vapor de água recuperado como a fração de topo do último estágio é adequadamente condensado com água de esfriamento. A corrente de condensado assim obtida pode ser então passada na etapa subsequente, enquanto que o calor de condensação recuperado pode ser aplicado alhures no processo ou removido por um meio de esfriamento.

Geralmente, todos os evaporadores e colunas de destilação podem ser usados para o processo da invenção. Preferivelmente evaporadores de filme descendente como reevaporadores e torres equipadas com bandejas, especialmente bandejas de f Thormann são usados.

De acordo com a presente invenção, mistura (M) compreende água e propileno glicol. Preferivelmente, a mistura (M) compreende menos do que 99,9% em peso de água, por exemplo 70 a 99,5% em peso de água, preferivelmente 80 a 99,0% em peso de água, mais preferivelmente 90 a 98% em peso de água. Mistura (M) adicionalmente compreende preferivelmente menos do que 30% em peso de propileno glicol, por exemplo 0,01 a 25% em peso de propileno glicol, preferivelmente 0,1 a 20% em peso de propileno

glicol, mais preferivelmente 0,5 a 15% em peso de propileno glicol, em particular 1,0 a 10% em peso de propileno glicol, muito mais preferivelmente 1,5 a 5% em peso de propileno glicol.

5 Mistura (M) pode adicionalmente compreender solventes orgânicos ou adicionalmente compostos orgânicos, preferivelmente em uma quantidade de menos do que 10% em peso, em particular menos do que 5% em peso.

10 Mistura (M') obtida em etapa (I) compreende propileno glicol e água. Preferivelmente mistura (M') compreende 80 a 99,9% em peso de água e 2,5 a 15% em peso de propileno glicol, mais preferivelmente 85 a 99,0% em peso de água e 5 a 12,5% em peso de propileno glicol, em particular 88 a 95% em peso de água e 6 a 10% em peso de propileno glicol.

15 Mistura (M'') obtida em etapa (I) compreende pelo menos 70% em peso de água. Preferivelmente mistura (M'') compreende 90 a 99,99% em peso de água e 0,01 a 0,5% em peso de propileno glicol, mais preferivelmente 95 a 99,9% em peso de água e 0,05 a 0,25% em peso de propileno glicol, em particular 98 a 99,5% em peso de água e 0,07 a 0,1% em peso de propileno glicol.

20 De acordo com a etapa (II), mistura (M') obtida em (I) é separada em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água.

25 A destilação de acordo com a etapa (II) pode ser realizada em uma coluna de destilação adequada. Preferivelmente um evaporador de filme descendente como reevaporador e uma torre equipada com bandejas, especialmente bandejas Thormann é usado.

Preferivelmente, mistura (M-I) é obtida como corrente de topo e mistura (M-II) é obtida como corrente de fundo da destilação.

De acordo com a presente invenção, mistura (M-I)

compreende pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreende menos do que 30% em peso de água. Preferivelmente mistura (M-I) compreende 90 a 99,99% em peso de água e 0,01 a 0,5% em peso de propileno glicol, mais preferivelmente 95 a 99,9% em peso de água e 0,05 a 0,25% em peso de propileno glicol, em particular 98 a 99,5% em peso de água e 0,07 a 0,1% em peso de propileno glicol.

Preferivelmente mistura (M-II) compreende 2,5 a 20% em peso de água e 50 a 90% em peso de propileno glicol, mais preferivelmente 5 a 15% em peso de água e 60 a 80% em peso de propileno glicol, em particular 7 a 12% em peso de água e 65 a 75% em peso de propileno glicol.

De acordo com a presente invenção, etapa (II) do processo de acordo com a presente invenção pode ser realizada diretamente após etapa (I). Também é possível que mistura (M') obtida em etapa (I) seja adicionalmente tratada antes de etapa (II). A mistura pode ser aquecida ou esfriada, ou diferentemente adequadamente tratada.

Também é possível de acordo com uma modalidade alternativa que mistura (M') seja diretamente introduzida em uma etapa de separação por meio de osmose reversa. Também é possível que mistura (M') obtida em etapa (I) seja adicionalmente tratada antes da etapa de separação por meio de osmose reversa. A mistura pode ser aquecida ou esfriada, ou diferentemente adequadamente tratada.

A presente invenção portanto proporciona um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos

uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água.

De acordo com uma modalidade alternativa, a presente invenção refere-se a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água;

no qual a mistura (M'') é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

De acordo com uma modalidade alternativa, a presente invenção refere-se a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo

pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água,

no qual a mistura (M'') e mistura (M-I) são combinadas e adicionalmente separadas em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

De acordo com outra modalidade da presente invenção, o processo pode adicionalmente compreender a etapa (III) de:

(III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação.

De acordo com a etapa (III), o pelo menos um propileno glicol é separado da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação. Preferivelmente, etapa (III) é realizada usando uma coluna de parede divisória. Em etapa (III), mistura (M-III) e uma mistura contendo essencialmente propileno glicol são obtidas. Em uma modalidade preferida, em etapa (III), mistura (M-IIIa), mistura (M-IIIb) e uma mistura (M-IIIc) contendo essencialmente propileno glicol são obtidas. Preferivelmente, mistura (M-III) ou mistura (M-IIIa) compreende 10 a 70% em peso de água, preferivelmente 15 a 55% em peso de água, em particular 20 a 40% em peso de água, por exemplo 30 a 35% em peso de água.

Preferivelmente o pelo menos um propileno glicol, preferivelmente como mistura (M-IIIc), é obtido em uma pureza de maior do que 95 %, preferivelmente maior do que 98 %, em particular maior do que 99 %, por exemplo 99,1 %, 99,2 %, 99,3 %, 99,4 %, 99,5 %, 99,6 %, 99,7 %, 99,8 %, 99,9 % ou 100 %, muito mais preferivelmente dentro de uma faixa de 99,5 a 99,9 %. Preferivelmente mistura (M-IIIc) é obtida como uma corrente lateral.

A destilação de acordo com a etapa (III) pode ser realizada em um, dois, três ou mais estágios, preferivelmente em um ou dois estágios, mais

preferivelmente em um estágio.

Todas as colunas de destilação adequadas podem ser usadas para a destilação de acordo com a etapa (III). Preferivelmente uma coluna de parede dividida equipada com recheio de gaze de $500\text{m}^2/\text{m}^3$ fornecido por Koch Glitsch, Montz, Sulzer e um evaporador de filme descendente operado com vapor de água de 1.600 kPa.

A coluna de destilação usada em etapa (III) é preferivelmente operada em uma pressão de 1 a 15 kPa, preferivelmente 3 a 10 kPa, por exemplo 4 kPa, 5 kPa, 6 kPa, 7 kPa, 8 kPa, ou 9 kPa; e uma temperatura de fundo de 120 a 200 °C, preferivelmente 140 a 180 °C, em particular de 160 a 170 °C.

Preferivelmente, propileno glicol, preferivelmente como mistura (M-IIIc), é obtido como uma corrente lateral da destilação. Preferivelmente, mistura (M-IIIa) é obtida como uma corrente de topo da destilação. Também é possível no contexto da presente invenção que outras correntes sejam obtidas como correntes de fundo. Preferivelmente mistura (M-IIIb) é obtida como corrente de fundo.

De acordo com a presente invenção, etapa (III) do processo de acordo com a presente invenção pode ser realizada diretamente após etapa (II). Também é possível que mistura (M-II) obtida em etapa (II) seja adicionalmente tratada antes de etapa (III). A mistura pode ser aquecida ou esfriada, ou diferentemente adequadamente tratada. Também é possível que mistura (M-II) seja combinada com pelo menos uma outra mistura obtida no processo de acordo com a presente invenção antes da etapa (III).

Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, na qual o processo adicionalmente compreende a etapa de

(III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação.

De acordo com a presente invenção, a mistura (M-I) obtida em etapa (II) pode ser adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

De acordo com a presente invenção, também é possível que mistura (M'') obtida em etapa (I) seja diretamente submetida a uma etapa de separação adicional por meio de osmose reversa. Neste caso, mistura (M'') é separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

Também é possível combinar mistura (M'') e mistura (M-I) e então submeter as misturas combinadas a uma separação por meio de osmose reversa.

A etapa de separação por meio de osmose reversa é preferivelmente realizada em uma pressão operacional de 3.000 a 12.000 kPa, preferivelmente de 6.000 a 11.000 kPa, mais preferida de 8.000 a 10.000 kPa, especialmente de cerca de 9.000 kPa. A etapa de separação por meio de osmose reversa é preferivelmente realizada em uma temperatura de 20 a 80 °C, mais preferivelmente de 30 a 60 °C, preferivelmente de 35 a 45 °C especialmente de cerca de 38 a 42°C, por exemplo 39°C, 40°C, ou 41°C.

De acordo com a presente invenção, a etapa de separação por meio de osmose reversa é preferivelmente realizada usando 2 a 8 estágios. Osmose reversa é preferivelmente realizada usando 2 a 8 estágios de módulos conectados em paralelo, preferivelmente usando 4 a 6 estágios de módulos, por exemplo 5 estágios de módulos.

Em cada estágio, a razão de alimentação pra retido é preferivelmente de cerca de 20 a cerca de 60, por exemplo 25 a 55 ou 50.

Preferivelmente, um de quatro tipos diferentes de módulos de

osmose reversa, que são geralmente usados para processos de osmose reversa, são usados para o processo da presente invenção. Preferivelmente, módulos tubulares, de placa e de quadro, espiral, e de fibra oca são usados.

Membranas tubulares são membranas não auto-suportáveis.

5 Estão localizadas sobre o lado interno de um tubo, são feitas de um material que é a camada de suporte para a membrana. Devido ao fato de a localização das membranas tubulares estar dentro de um tubo, o fluxo em uma membrana tubular é normalmente de dentro para fora. As membranas tubulares geralmente possuem um diâmetro de cerca de 5 a 15 mm.

10 Com membranas capilares a membrana serve como uma barreira seletiva, que é suficientemente forte para resistir às pressões de filtração. Por causa disto, o fluxo através das membranas capilares pode ser tanto de dentro para fora quanto de fora para dentro. O diâmetro de membranas capilares é muito menor do que aquele das membranas tubulares, 15 a saber de 0,5 a 5 mm. Devido ao fato do diâmetro menor as probabilidades de obstrução são muito maiores com uma membrana capilar.

Membranas espirais consistem de duas camadas de membrana, posicionadas sobre uma tecido coletor de permeato. Este envelope de membrana circunda um dreno de permeato centralmente posicionado. Isto faz 20 com que a densidade de recheio das membranas seja maior. O canal de alimentação está posicionado em altura moderada, para prevenir a obstrução da unidade de membrana.

A mistura pressurizada flui ao longo da superfície externa das luvas de membrana. Uma solução penetra e flui dentro da luva espiral na 25 direção do tubo central que a conduz para fora do módulo.

Membranas que consistem de placas planas são chamadas de membranas na forma de almofada. O nome membrana na forma de almofada provém da forma semelhante a almofada que as duas membranas possuem quando são empacotadas juntas em uma unidade de membrana. Dentro da

‘almofada’ está uma placa de suporte, que proporciona solidez.

Dentro de um módulo, múltiplos travesseiros estão posicionados a uma certa distância entre eles, que depende do teor de sólidos dissolvidos da solução. A solução flui através da membrana de dentro para fora. Quando tratamento é realizado, o permeato é coletado no espaço entre as membranas, onde removido para longe através de drenos.

Membranas de fibra oca são membranas com um diâmetro de abaixo de cerca de 0,1 μm .

Como membranas, todas as membranas com uma estabilidade suficiente contra compostos orgânicos por exemplo membranas possuindo uma camada ativa de acetato de celulose, compósita ou de poliamida podem ser usadas. Preferivelmente membranas com camada ativa de poliamida como módulos de membrana espiral são usadas.

De acordo com uma modalidade preferida da presente invenção, a mistura (M-I) obtida em etapa (II) - ou de acordo com uma modalidade alternativa mistura (M'') obtida em etapa (I) ou mistura (M'') combinada com mistura (M-I)- pode ser separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

Mistura (M-Ia) compreende pelo menos 90% em peso de água. Preferivelmente mistura (M-Ia) compreende pelo menos 95% em peso de água, mais preferivelmente pelo menos 98% em peso de água, em particular pelo menos 99% em peso de água, por exemplo 99,3% em peso, 99,4% em peso, 99,5% em peso, 99,6% em peso, 99,7% em peso, 99,8% em peso, 99,9% em peso ou 99,99% em peso, muito mais preferivelmente dentro de uma faixa de 99,8 a 99,95% em peso.

Mistura (M-Ia) preferivelmente compreende menos do que 1% em peso de outros compostos orgânicos ou inorgânicos, mais preferivelmente

menos do que 0,5% em peso, em particular menos do que 0,25% em peso.

Mistura (M-Ib) compreende menos do que 95% em peso de água. Preferivelmente mistura (M-Ib) compreende 80 a 95% em peso de água, em particular 82 a 92% em peso de água, mais preferivelmente 85 a 90% em peso de água. Mistura (M-Ib) adicionalmente compreende menos do que 25% em peso de outros compostos orgânicos ou inorgânicos, preferivelmente 1 a 20% em peso, em particular 2,5 a 15% em peso, mais preferivelmente 5 a 10% em peso.

Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, no qual a mistura (M-I) ou mistura (M'') ou mistura (M'') combinada com mistura (M-I) é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

De acordo com a presente invenção, o processo descrito acima também pode compreender etapa (III) e adicionalmente a separação por osmose reversa.

Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, no qual a mistura (M-I) é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa, e o processo adicionalmente compreende a etapa de

(III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação.

Mistura (I-b) compreende preferivelmente menos do que 5% em peso de compostos orgânicos tais como monopropileno glicol, dipropileno glicol, metóxi-propanóis, ou hidróxi-acetona.

Portanto, de acordo com outra modalidade da presente

invenção, esta mistura (M-Ib) pode ser combinada com mistura (M-II) antes da etapa (III), portanto preferivelmente resultando em um rendimento melhorado de propileno glicol.

Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, no qual a mistura (M-Ib) e mistura (M-II) são combinadas antes da etapa (III).

De acordo com a presente invenção, em etapa (I), a mistura é evaporada em 2 a 6 estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação, em particular 3 a 5 estágios de evaporação e/ou de destilação, preferivelmente 3 ou 4 estágios de evaporação e/ou de destilação.

Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, no qual na etapa (I) três estágios de evaporação (E1) a (E3) ou três estágios de destilação (D1) a (D3) são realizados.

Preferivelmente os três estágios de evaporação são realizados em pressões operacionais decrescentes.

Preferivelmente os três estágios de evaporação são realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 156°C, 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C, 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, no qual os três estágios de evaporação de acordo com a etapa (I) são realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de

- (E1) 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 155°C,
- (E2) 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C,
- (E3) 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

A presente invenção também proporciona um processo como

descrito acima, no qual os três estágios de destilação de acordo com a etapa (I) são realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de

(D1) 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 155°C,

(D2) 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C,

5 (D3) 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

De acordo com a presente invenção, mistura (M) compreende pelo menos um propileno glicol. Preferivelmente, mistura (M) compreende pelo menos um propileno glicol em uma quantidade de menos do que 30% em peso, por exemplo 0,01 a 25% em peso, preferivelmente 0,1 a 20% em peso, 10 mais preferivelmente 0,5 a 15% em peso, em particular 1,0 a 10% em peso, muito mais preferivelmente 1,5 a 5% em peso.

Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, no qual a mistura (M) compreende 0,01 a 25% em peso propileno glicol.

15 Por exemplo, mistura (M) pode adicionalmente compreender hidróxi-acetona em uma quantidade de cerca de 0,2% em peso e dipropileno glicol em uma quantidade de cerca de 0,4% em peso.

Misturas adequadas podem ser por exemplo obtidas como subprodutos de processos industriais, por exemplo em uma epoxidação de propeno. Preferivelmente, mistura (M) é obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propeno. No sistema da presente invenção também é possível, que qualquer mistura obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propeno seja adicionalmente tratada antes de ser introduzida em etapa (I) do processo de acordo com a presente invenção.

25 Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, no qual a mistura (M) é obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propeno.

Preferivelmente, a epoxidação de propeno é realizada usando um hidroperóxido na presença de um catalisador.

De acordo com uma outra modalidade da presente invenção, mistura (M) pode ser obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propeno. Preferivelmente, o processo para a epoxidação de propeno compreende um estágio (a) de

- 5 (a) reagir propileno com um hidroperóxido na presença de pelo menos um solvente e pelo menos um catalisador para obter uma mistura (M-a) compreendendo óxido de propileno.

Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, no qual a mistura (M) é obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propileno compreendendo o estágio de

(a) reagir propileno com um hidroperóxido na presença de pelo menos um solvente e pelo menos um catalisador para obter uma mistura (M-a) compreendendo óxido de propileno.

15 No contexto da presente invenção, o termo “hidroperóxido” refere-se a um composto de fórmula ROOH. Detalhes relacionados à preparação de hidroperóxidos e relacionados aos hidroperóxidos que podem ser usados, inter alia, no método da presente invenção podem ser encontrados em DE-A-198.35.907 cujo respectivo teor é incorporado no contexto da presente invenção como referência. Exemplos de hidroperóxidos que podem ser usados para os propósitos da presente invenção são, inter alia, hidroperóxido de terc-butila, hidroperóxido de etil-benzeno, hidroperóxido de terc-amila, hidroperóxido de cumeno, hidroperóxido de ciclo-hexila, hidroperóxido de metil-ciclo-hexila, hidroperóxido de tetra-hidro-naftaleno, hidroperóxido de isobutil-benzeno, hidroperóxido de etil-naftaleno, perácidos tal como ácido peracético e peróxido de hidrogênio. Misturas de dois ou mais hidroperóxidos também podem ser usadas de acordo com a presente invenção. Preferência é dada ao uso de peróxido de hidrogênio como hidroperóxidos no método da presente invenção, e adicionalmente preferência é dada ao uso de

20

25

uma solução aquosa de peróxido de hidrogênio. Mais preferivelmente, a solução aquosa de peróxido de hidrogênio compreende peróxido de hidrogênio em uma concentração dentro da faixa de 1 a 90, mais preferivelmente de 10 a 70 e especialmente preferivelmente de 30 a 50% em peso, baseado no peso total da solução. Também é possível o uso de uma
5 mistura de dois ou mais hidroperóxidos diferentes.

Preferivelmente, peróxido de hidrogênio é usado como hidroperóxido.

Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, no qual em estágio (a) o hidroperóxido é peróxido de hidrogênio.
10

De acordo com estágio (a), propileno é reagido com um hidroperóxido para obter uma mistura (M-a) compreendendo óxido de propileno.

De acordo com estágio (a) do processo, propileno é reagido com um hidroperóxido na presença de um solvente. De acordo com a presente invenção, todos os solventes adequados conhecidos pela pessoa experiente na arte podem ser usados. Um solvente adequado é por exemplo metanol.
15

Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, no qual estágio (a) o solvente é metanol.
20

A reação de acordo com estágio (a) pode ser realizada em um ou mais estágios. Também é possível separar um ou mais componentes da mistura reacional entre os estágios de reação.

Conseqüentemente, é possível realizar os estágios de reação no modo em batelada ou no modo semi-contínuo ou no modo contínuo e independentemente do mesmo, o outro estágio de reação no modo em batelada ou no modo semi-contínuo ou no modo contínuo.
25

A reação de epoxidação em estágios (a) é preferivelmente realizada na presença de pelo menos um catalisador de zeólita.

Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, no qual em estágio (a) o catalisador é pelo menos um catalisador de zeólita de titânio.

5 Preferivelmente, em estágio (a) pelo menos um catalisador de zeólita de titânio é usado como um catalisador e o solvente é metanol.

Portanto, a presente invenção também proporciona um processo como descrito acima, no qual em estágio (a) catalisador é pelo menos um catalisador de zeólita de titânio e o solvente é metanol.

10 Zeólitas são, como é sabido, aluminossilicatos cristalinos possuindo estruturas de gaiola e canal ordenadas e contendo microporos que são preferivelmente menores do que cerca de 0,9 nm. A rede de tais zeólitas é composta de tetraedros de SiO_4 e AlO_4 que são unidos via pontes de oxigênio compartilhadas. Uma visão geral das estruturas conhecidas pode ser encontrada, por exemplo, em W. M. Meier, D. H. Olson e Ch. Baerlocher, “Atlas of Zeolite Structure Types”, Elsevier, 5th edition, Amsterdam 2001.

15 Zeólitas nas quais alumínio não está presente e nas quais parte do Si(IV) no retículo de silicato é substituído por titânio como Ti(IV) também são conhecidas. Estas zeólitas de titânio, em particular aquelas possuindo uma estrutura cristalina do tipo MFI, e possíveis modos de sua preparação são descritos, por exemplo, em EP 0.311.983 A2 ou EP 0.405 978 A1. À parte do silício e do titânio, tais materiais podem adicionalmente compreender elementos adicionais tais como alumínio, zircônio, estanho, ferro, cobalto, níquel, gálio, germânio, boro ou quantidades pequenas de flúor. Nos catalisadores de zeólita que têm sido preferivelmente regenerados pelo
20 processo da invenção, parte do ou todo o titânio da zeólita pode ter sido substituído por vanádio, zircônio, cromo ou nióbio ou uma mistura de dois ou mais dos mesmos. A razão molar de titânio e/ou vanádio, zircônio, cromo ou nióbio para a soma de silício e titânio e/ou vanádio e/ou zircônio e/ou cromo e/ou nióbio está geralmente dentro da faixa de 0,01:1 a 0,1:1.
25

Zeólitas de titânio, em particular aquelas possuindo uma estrutura cristalina do tipo MFI, e possíveis modos de sua preparação são descritos, por exemplo, em WO 98/55228, EP 0.311.983 A2, EP 0.405.978 A1, EP 0.200.260 A2.

5 É sabido que zeólitas de titânio possuindo a estrutura MFI podem ser identificada via um padrão de difração de raios-X particular e também via uma banda de vibração de retículo na região do infravermelho (IR) a cerca de 960 cm^{-1} e assim difere de titanatos de metal alcalino ou fases cristalina e amorfa de TiO_2 .

10 Menção específica pode ser feita às zeólitas contendo titânio, germânio, telúrio, vanádio, cromo, nióbio, zircônio possuindo uma estrutura de pentasil-zeólita, em particular os tipos que podem ser cristalograficamente designados por raios-X com estruturas ABW, ACO, AEI, AEL, AEN, AET, AFG, AFI, AFN, AFO, AFR, AFS, AFT, AFX, AFY, AHT, ANA, APC, 15 APD, AST, ASV, ATN, ATO, ATS, ATT, ATV, AWO, AWW, BCT, BEA, BEC, BIK, BOG, BPH, BRE, CAN, CAS, CDO, CFI, CGF, CGS, CHA, CHI, CLO, CON, CZP, DAC, DDR, DFO, DFT, DOH, DON, EAB, EDI, EMT, EPI, ERI, ESV, ETR, EUO, FAU, FER, FRA, GIS, GIU, GME, GON, GOO, HEU, IFR, ISV, ITE, ITH, ITW, IWR, IWW, JBW, KFI, LAU, LEV, LIO, 20 LOS, LOV, LTA, LTL, LTN, MAR, MAZ, MEI, MEL, MEP, MER, MMFI, MFS, MON, MOR, MSO, MTF, MTN, MTT, MTW, MWW, NAB, NAT, NEES, NON, NPO, OBW, OFF, OSI, OSO, PAR, PAU, PHI, PON, RHO, RON, RRO, RSN, RTE, RTH, RUT, RWR, RWY, SAO, SAS, SAT, SAV, SBE, SBS, SBT, SFE, SFF, SFG, SFH, SFN SFO, SGT, SOD, SSY, STF, 25 STI, STT, TER, THO, TON, TSC, UEI, UFI, UOZ, USI, UTL, VET, VFI, VNI, VSV, WEI, WEN, YUG e ZON, e também estruturas mistas de duas ou mais das estruturas acima mencionadas. Ademais, zeólitas contendo titânio possuindo a estrutura ITQ-4, SSZ-24, TTM-1, UTD-1, CIT-1 ou CIT-5 também são concebíveis para uso no processo da invenção. Adicionalmente

zeólitas contendo titânio que podem ser mencionadas são aquelas possuindo a estrutura ZSM-48 ou ZSM-12.

Para os propósitos da presente invenção, preferência é dada ao uso de zeólitas Ti possuindo uma estrutura MFI, uma estrutura MEL, uma
5 estrutura mista MFI/MEL ou uma estrutura MWW. Outra preferência é dada aos catalisadores de zeólita contendo Ti que são geralmente referidos como “TS-1”, “TS-2”, “TS-3”, e também zeólitas Ti possuindo uma estrutura de armação isomorfa com beta-zeólita. Preferência muito particular é dada ao uso de catalisadores de zeólita de estrutura TS-1 e de estrutura Ti-MWW.

10 Os catalisadores, especialmente preferivelmente os catalisadores de zeólita de titânio e ainda mais preferivelmente os catalisadores possuindo estrutura TS1 ou MWW, podem ser empregados como pó, como grânulos, como microesferas, como corpos moldados possuindo, por exemplo, a forma de pelotas, cilindros, rodas, estrelas, esferas
15 e assim por diante, ou como extrusados tais como extrusados possuindo, por exemplo, um comprimento de cerca de 1 a 10, mais preferivelmente de 1 a 7 e ainda mais preferivelmente de 1 a 5 mm, e um diâmetro de cerca de 0,1 a 5, mais preferivelmente de 0,2 a 4 e especialmente preferivelmente de 0,5 a 2 mm. Com o objetivo de aumentar a densidade em volume dos extrusados, é
20 preferido cortar os extrusados com uma corrente consistindo essencialmente de um gás inerte.

Para cada um destes métodos de formação, é possível usar pelo menos um aglutinante adicionais e/ou pelo menos um agente de empastamento e/ou pelo menos um agente formador de poros. Antes do uso
25 do catalisador na reação de epoxidação da presente invenção, é possível adequadamente pré-tratar o catalisador. No caso de catalisador se usado como catalisador suportado, pode ser preferivelmente usado um suporte que é inerte, i.e. que não reage com peróxido de hidrogênio, olefina, e óxido de olefina.

Mais preferivelmente, é empregado um catalisador Ti-TS1 ou Ti-MWW que é produzido primeiro pela formação de microesferas, por exemplo microesferas formadas de acordo com EP 0.200.260 A2, e então transformação de citadas microesferas para obter corpos moldados, preferivelmente extrusados como descrito acima.

Portanto, as reações em estágios (a) são preferivelmente realizadas em suspensão ou em modo de leito fixo, muito mais preferivelmente em modo de leito fixo.

É possível realizar um dos estágios de reação em uma reação isotérmica ou adiabática e o outro estágio de reação, independente do mesmo, em um reator isotérmico ou adiabático. O termo “reator” como usado com respeito a isto compreende um único reator, uma cascata de pelo menos dois reatores serialmente conectados, pelo menos dois reatores que são operados em paralelo, ou uma multitude de reatores na qual pelo menos dois reatores são serialmente acoplados e na qual pelo menos dois reatores são operados em paralelo.

Cada um dos reatores descritos acima, especialmente os reatores de acordo com a modalidade preferida, podem ser operados em modo de fluxo descendente ou em modo de fluxo ascendente.

No caso de reatores serem operados em modo de fluxo descendente, é preferido o uso de reatores de leito fixo que são preferivelmente reatores tubulares, multi-tubulares ou de multi-placas, muito mais preferivelmente equipados com pelo menos uma camisa de esfriamento. Neste caso, a reação de epoxidação é realizada em uma temperatura de 30 a 80 °C, e o perfil de temperatura nos reatores é mantido em um nível de modo que a temperatura do meio de esfriamento nas camisas de esfriamento seja pelo menos cerca de 40°C e a temperatura máxima no leito de catalisador seja cerca de 60°C. No caso de operação no modo descendente dos reatores, é possível escolher as condições de reação tais como temperatura, pressão,

vazão de alimentação e quantidades relativas de materiais iniciais de tal modo que a reação seja realizada em uma fase única, mais preferivelmente em uma fase líquida única, ou em um sistema de multifases compreendendo, por exemplo, 2 ou 3 fases. Como para o modo de operação de fluxo descendente, é especialmente preferido conduzir a reação de epoxidação em uma mistura de reação de multifases compreendendo uma fase aquosa líquida rica em peróxido de hidrogênio contendo metanol e uma fase líquida orgânica rica em olefina, preferivelmente uma fase rica em propeno.

No caso de reatores serem operados no modo de fluxo ascendente, é preferido usar reatores de leito fixo. É ainda adicionalmente preferido o uso de pelo menos dois reatores de leito fixo. De acordo com ainda uma outra modalidade preferida, os pelo menos dois reatores usados são serialmente conectados ou operados em paralelo, mais preferivelmente operados em paralelo. Geralmente, é necessário equipar pelo menos um dos reatores usados com um meio de esfriamento tal como uma camisa de esfriamento. Especialmente preferivelmente, são empregados pelo menos dois reatores que são conectados em paralelo e podem ser operados alternadamente. No caso de os reatores serem operados no modo de fluxo ascendente, os dois ou mais reatores conectados em paralelo são particularmente preferivelmente reatores tubulares, reatores de multi-tubos ou reatores de multi-placas, mais preferivelmente reatores multi-tubulares e especialmente preferivelmente reatores de casco-e-tubo compreendendo uma multitude de tubos tal como de cerca de 1 a 20.000, preferivelmente de 10 a 10.000, com maior preferência de 100 a 9.000, mais preferivelmente de 1.000 a 8.000 e particularmente preferivelmente de 3.000 a 7.000, tubos. Para regenerar o catalisador usado para a reação de epoxidação, é possível pelo menos que um dos reatores conectado em paralelo seja retirado de operação para o estágio de reação respectiva e o catalisador presente neste reator seja regenerado, com pelo menos um reator sempre estando disponível para reação

do material inicial ou dos materiais iniciais em cada estágio durante o curso do processo contínuo.

Como meio de esfriamento usado para esfriar o meio de reação em reatores mencionados acima equipados com camisas de esfriamento, não há restrições específicas. Especialmente preferidos são óleos, alcoóis, sais líquidos ou água, tal como água de rio, água salobra e/ou água do mar, que em cada caso pode, por exemplo, preferivelmente ser retirada de um rio e/ou uma lagoa e/ou um mar próximo da instalação química na qual o reator da invenção e o processo da invenção são usados e, após qualquer remoção adequada necessária de material suspenso por filtração e/ou sedimentação, ser usada diretamente sem tratamento adicional para esfriar os reatores. Água de esfriamento secundária que é preferivelmente transportada ao redor de um circuito fechado é particularmente útil para propósitos de esfriamento. Esta água de esfriamento secundária é geralmente essencialmente água deionizada ou desmineralizada na qual pelo menos um agente anti-incrustação tem sido preferivelmente adicionado. Mais preferivelmente, esta água de esfriamento secundária circula entre o reator da invenção, por exemplo, uma torre de refrigeração. Preferência é igualmente dada à água de esfriamento secundária sendo, por exemplo, contra-esfriada em pelo menos um trocador de calor em contra-corrente por, por exemplo, água de rio, água salobra e/ou água de mar.

De acordo com uma modalidade preferida, o peróxido de hidrogênio é usado no processo de acordo com a invenção na forma de uma solução aquosa com um teor de peróxido de hidrogênio de geralmente de 1 a 90% em peso, preferivelmente de 10 a 70% em peso, mais preferivelmente de 10 a 60% em peso. Uma solução possuindo pelo menos de 20 a menos do que 50% em peso de peróxido de hidrogênio é particularmente preferida.

De acordo com outra modalidade da presente invenção, uma solução aquosa bruta de peróxido de hidrogênio pode ser empregada. como solução aquosa bruta de peróxido de hidrogênio, pode ser usada uma solução

que é obtida por extração de uma mistura com água essencialmente pura na qual a mistura resulta de um processo conhecido como processo de antraquinona (veja, e.g., Ullmann's Encyclopaedia of Industrial Chemistry, 5th edition, volume 3 (1989) páginas 447-457). Neste processo, o peróxido de hidrogênio formado é geralmente separado por extração da solução de trabalho. Esta extração pode ser realizada com água essencialmente pura, e o peróxido de hidrogênio aquoso bruto é obtido. De acordo com uma modalidade da presente invenção, esta solução bruta pode ser empregada sem purificação adicional. A produção de uma tal solução bruta é descrita, por exemplo, em Pedido de Patente Européia EP 1.122.249 A1. Ao termo “água essencialmente pura” é feita referência ao parágrafo 10, página 3 de EP 1.122.249 A1 que é incorporada como referência.

Para preparar o peróxido de hidrogênio que é preferivelmente usado, é possível empregar, por exemplo, o processo de antraquinona por meio do qual é produzida virtualmente toda a produção mundial de peróxido de hidrogênio. Uma visão geral do processo de antraquinona é dada em “Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry”, 5th edition, volume 13, páginas 447 a 456.

Igualmente é concebível obter o peróxido de hidrogênio pela conversão de ácido sulfúrico em ácido peroxodissulfúrico por oxidação anódica com simultânea liberação de hidrogênio no catodo. Hidrólise do ácido peroxodissulfúrico então leva via ácido peroxomonossulfúrico a peróxido de hidrogênio e ácido sulfúrico que é assim obtido de volta.

Claro que a preparação de peróxido de hidrogênio a partir dos elementos também é possível.

Antes de peróxido de hidrogênio ser usado no processo da invenção, é possível liberar, por exemplo, uma solução de peróxido de hidrogênio comercialmente disponíveis dos íons indesejáveis. Métodos concebíveis são, inter alia, aqueles descritos, por exemplo, em US 5.932.187,

DE 42.22.109 A1 ou US 5.397.475. É igualmente possível remover pelo menos um sal presente na solução de peróxido de hidrogênio por meio de troca iônica em uma aparelhagem que contém pelo menos um leito de troca iônica não-ácido possuindo uma área de seção transversal F e uma altura H que são tais que a altura H do leito de troca iônica é menor do que ou igual a $2,5 \cdot F^{1/2}$, em particular menor do que ou igual a $1,5 \cdot F^{1/2}$. Para os propósitos da presente invenção, é em princípio possível usar todos os leitos trocadores de íon não-ácidos compreendendo trocadores de cátions e/ou trocadores de ânions. Também é possível que trocadores de cátions e ânions sejam usados como leitos mistos dentro de um leito trocador de íons. Em uma modalidade preferida da presente invenção, apenas um tipo de trocadores de íons não-ácidos é usado. Preferência adicional é dada ao trocador de íons básico, particularmente preferivelmente a um trocador de ânions básico e mais particularmente preferivelmente ao trocador de ânions fracamente básico.

A seletividade do processo total de acordo com estágio (a) com respeito ao peróxido de hidrogênio está preferivelmente dentro da faixa de 78 a 99 %, mais preferivelmente dentro da faixa de 88 a 97 % e particularmente preferivelmente dentro da faixa de 90 a 96 %.

A conversão total em peróxido de hidrogênio é preferivelmente pelo menos 99,5 %, mais preferivelmente pelo menos 99,6 %, muito mais preferivelmente pelo menos 99,7 % e particularmente preferivelmente pelo menos 99,8 %.

A mistura (M-a) obtida em estágio (a) preferivelmente possui um solvente, preferivelmente um teor de metanol de 50 a 90% em peso, mais preferivelmente de 60 a 85% em peso e especialmente preferivelmente de 70 a 80% em peso, baseado no peso total a mistura reacional. Adicionalmente pode conter água, óxido de propileno, ou propeno.

A mistura (M-a) obtida do estágio (a) tem que ser adequadamente tratada para obter mistura (M).

Mistura (M) de acordo com a presente invenção está essencialmente livre de um solvente orgânico tal como metanol, e propeno ou óxido de propileno. Mistura (M-a) pode ser adequadamente tratada para separar qualquer solvente orgânico, propileno ou óxido de propileno. Métodos adequados para separação de solvente, propileno ou óxido de propileno são conhecidos pela pessoa experiente na arte.

Por exemplo é possível separar propileno não reagido da mistura (M-a) por destilação em um estágio (b).

Também é possível separar óxido de propileno da mistura por destilação em um estágio (c), preferivelmente após a separação do propileno não reagido.

Preferivelmente, após estas duas separações de acordo com estágios (b) e (c), a mistura compreende água e o solvente, preferivelmente metanol.

A mistura obtida pode adicionalmente conter certos subprodutos resultantes de um ou mais estágios do processo de epoxidação total, possuindo pontos de ebulição menores do que o do óxido de propileno. Exemplos de tais subprodutos são aldeídos tais como, por exemplo, acetaldeído e/ou formaldeído. Estes subprodutos podem estar contidos em uma quantidade de até 0,3% em peso, preferivelmente até 0,20% em peso e especialmente preferivelmente até 0,15% em peso, baseado no peso total da mistura e referindo à soma dos respectivos pesos destes compostos de ebulição baixa.

A mistura compreendendo água e um solvente, preferivelmente metanol, pode ser adicionalmente separada em um outro processo de separação destilativa em um estágio (d) no qual uma mistura (M-di) compreendendo pelo menos 85% em peso de metanol e até 10% em peso de água, e uma segunda mistura (M-dii) compreendendo pelo menos 90% em peso de água são obtidas.

Destilação em estágio (d) pode ser realizada em uma, duas, três ou mais colunas de destilação.

A mistura (M-dii) compreende pelo menos 90% em peso de água, mais preferivelmente pelo menos 95% em peso de água e especialmente preferivelmente pelo menos 97% em peso de água. Preferivelmente (M-dii) está essencialmente livre de metanol, i.e. possui um teor de metanol menor do que 5 ppm, mais preferivelmente menor do que 1 ppm. Adicionalmente à água, (M-dii) pode compreender certos subprodutos resultantes de um ou mais estágios do processo de epoxidação total. Exemplos de tais subprodutos são compostos de glicol tais como propileno-glicóis. Estes subprodutos podem estar contidos em (M-dii) em uma quantidade de até 4% em peso, preferivelmente até 3% em peso.

De acordo com o processo da presente invenção, é possível que a mistura introduzida no estágio (d) compreenda subprodutos produzidos em pelo menos um estágio do processo de epoxidação total tais como glicol-éteres como metóxi-propanóis.

Estágios (b), (c) e (d) podem ser aplicados à mistura (M-a) separadamente ou em combinação. Preferivelmente, mistura (M-a) é primeiro submetida ao estágio (b), a mistura resultante é submetida ao estágio (c) e a mistura resultante do estágio (c) é submetida ao estágio (d). Ademais, é possível tratar as misturas resultantes entre os estágios (a), (b), (c) e (d), por exemplo aquecendo-as ou adicionando-as ou separando-as em quaisquer outros componentes.

Preferivelmente, um vapor de água que tem sido tratado de acordo com estágio (a), (b), (c), e (d) é usado como mistura (M) para o processo de acordo com a presente invenção.

A seguir, são descritas modalidades adicionalmente preferidas da presente invenção.

De acordo com uma modalidade preferida, a presente invenção

também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água;

(III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação.

De acordo com uma modalidade adicionalmente preferida, a presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água,

no qual a mistura (M-I) é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

De acordo com uma modalidade ainda mais adicionalmente preferida, a presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

5 (I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos
10 uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água;

(III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação,
15 no qual a mistura (M-I) é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

De acordo com uma modalidade ainda adicionalmente preferida, a presente invenção também se refere a um processo para separar
20 pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos
25 evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo

menos do que 30% em peso de água,

no qual a mistura (M) é obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propileno compreendendo a etapa de

(a) reagir propileno com um hidroperóxido na presença de pelo menos um solvente e pelo menos um catalisador para obter uma mistura (M-a) compreendendo óxido de propileno.

De acordo com uma modalidade ainda adicionalmente preferida, a presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água,

no qual na etapa (I) três estágios de evaporação (E1) a (E3) são realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de

(E1) 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 155°C,

(E2) 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C,

(E3) 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

De acordo com uma modalidade ainda adicionalmente preferida, a presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos

evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água;

(III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação;

no qual na etapa (I) três estágios de evaporação (E1) a (E3) são realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de

(E1) 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 155°C,

(E2) 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C,

(E3) 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

De acordo com uma modalidade ainda adicionalmente preferida, a presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água;

(III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação,

no qual a mistura (M-I) é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib)

compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa, e

no qual na etapa (I) três estágios de evaporação (E1) a (E3) são realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de

- 5 (E1) 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 155°C,
 (E2) 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C,
 (E3) 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

De acordo com uma modalidade ainda adicionalmente preferida, a presente invenção também se refere a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado processo compreendendo

10 (I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura
15 (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água;

20 no qual a mistura (M-I) é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa;

no qual a mistura (M) é obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propileno compreendendo a etapa de

25 (a) reagir propileno com um hidroperóxido na presença de pelo menos um solvente e pelo menos um catalisador para obter uma mistura (M-a) compreendendo óxido de propileno; e

no qual na etapa (I) três estágios de evaporação (E1) a (E3) são

realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de

- (E1) 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 155°C,
- (E2) 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C,
- (E3) 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

5 A seguir, processos preferidos da presente invenção são listados resultantes das seguintes modalidades 1 a 13 incluindo as combinações destas modalidades como explicitamente dadas.

1. Um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, citado
10 processo compreendendo

(I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

15 (II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água.

20 2. O processo da modalidade 1, no qual a mistura (M'') é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

3. O processo da modalidade 1 ou 2, no qual o processo adicionalmente compreende a etapa de

25 (III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação.

4. O processo de qualquer uma das modalidades 1 a 3, no qual a mistura (M-I) é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib)

compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

5 5. O processo de qualquer uma das modalidades 1 a 4, no qual a mistura (M'') e mistura (M-I) são combinadas e adicionalmente separadas em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

6. O processo de qualquer uma das modalidades 1 a 5, no qual a mistura (M-Ib) e mistura (M-II) são combinadas antes da etapa (III).

10 7. O processo de qualquer uma das modalidades 1 a 6, no qual na etapa (I) três estágios de evaporação (E1) a (E3) ou três estágios de destilação (D1) a (D3) são realizados.

15 8. O processo da modalidade 7, no qual os três estágios de evaporação de acordo com a etapa (I) são realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de

(E1) 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 155°C,

(E2) 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C,

(E3) 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

20 9. O processo de qualquer uma das modalidades 1 a 8, no qual a mistura (M) compreende 0,01 a 25% em peso propileno glicol.

10. O processo de qualquer uma das modalidades 1 a 9, no qual a mistura (M) é obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propeno.

25 11. O processo de qualquer uma das modalidades 1 a 10, no qual a mistura (M) é obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propileno compreendendo o estágio de

(a) reagir propileno com um hidroperóxido na presença de pelo menos um solvente e pelo menos um catalisador para obter uma mistura (M-a) compreendendo óxido de propileno.

12. O processo da modalidade 11, no qual em estágio (a) o hidroperóxido é peróxido de hidrogênio.

13. O processo da modalidade 11 ou 12, no qual em estágio (a) o catalisador é pelo menos um catalisador de zeólita de titânio e o solvente é metanol.

A invenção é ilustrada com os seguintes exemplos.

Exemplos

Exemplo 1: Destilação combinada com osmose reversa

De um tanque de armazenagem, 1.000 kg/h de uma corrente de resíduo de um processo para preparar óxido de propileno com a seguinte composição

água	97,45% em peso,
metóxi-propanol (MOP)	0,05% em peso,
hidróxi-acetona (HA)	0,09% em peso,
monopropileno glicol (MPG)	2,04% em peso,
dipropileno glicol-monometil-éter (DPGME)	0,32% em peso,
compostos de ebulição alta (HBC)	0,05% em peso,

são submetidos à destilação em quatro colunas sucessivas que estão termicamente acopladas. As correntes obtidas no topo das colunas de destilação com um teor de água de cerca de 99,6 a 99,7% em peso são misturadas juntas, esfriadas para 40°C e submetidas à osmose reversa (membrana de poliamida, módulos em espiral, com uma área de membrana de 96 m², operando na pressão de 9.000 kPa, T=40°C). O retido obtido após a osmose reversa e o produto de fundo da última coluna de destilação são combinados e submetidos ao tratamento adicional.

As colunas são acopladas em um modo, que a primeira coluna é aquecida com vapor de água e cada uma das colunas seguintes é aquecida com os vapores da coluna anterior.

As colunas são operadas nas seguintes pressões e razões de

refluxo (RR):

Coluna 1 (diâmetro 0,3 m, 8 m de altura, 7 bandejas): 310 kPa RR=0,13

Coluna 2 (diâmetro 0,3 m, 8 m de altura, 7 bandejas): 200 kPa RR=0,12

Coluna 3 (diâmetro 0,3 m, 8 m de altura, 7 bandejas): 110 kPa RR=0,15

5 Coluna 4 (diâmetro 0,6 m, 8 m de altura, 8 bandejas): 9,5 kPa RR=0,25

Para a corrente acima de 1 t/h, vapor de água de 175 kW foi necessário na destilação.

As correntes obtidas são listadas na tabela 1.

Tabela 1

	água	MOP's	HA	MPG	DPGME	HBC	Fluxo de massa [kg/h]
alimentação [% p]	97,45	0,05	0,09	2,04	0,32	0,05	1000
fundo C1 [% p]	96,78	0,04	0,10	2,65	0,39	0,04	767
topo C1 [% p]	99,64	0,08	0,06	0,03	0,08	0,09	233
fundo C2 [% p]	95,35	0,03	0,11	3,91	0,53	0,06	516
topo C2 [% p]	99,74	0,06	0,07	0,03	0,10	0,00	250
fundo C3 [% p]	91,19	0,02	0,14	7,62	0,91	0,12	264
topo C3 [% p]	99,72	0,04	0,08	0,03	0,13	0,00	252
fundo C4 [% p]	8,51	0,00	0,13	82,64	7,33	1,30	24
topo C4 [% p]	99,57	0,02	0,14	0,01	0,26	0,00	227
alimentação RO [% p]	99,67	0,05	0,09	0,03	0,14	0,02	976
retido RO [% p]	91,24	1,38	1,94	0,73	4,07	0,64	32
permeato RO [% p]	99,96	0,00	0,03	0,00	0,01	0,00	944

10 Exemplo 2 (comparativo): Destilação sem osmose reversa

De um tanque de armazenagem, 1.000 kg/h de uma corrente de resíduo de um processo para preparação de óxido de propileno com uma composição de acordo com exemplo 1 são submetidos à destilação em quatro colunas que estão termicamente acopladas para se obterem correntes de topo das quatro colunas com um teor de água de cerca de 99,9% em peso.

As colunas são acopladas em um modo, que a primeira coluna é aquecida com vapor de água e cada uma das colunas seguintes é aquecida com os vapores da coluna anterior.

As colunas são operadas nas seguintes pressões e razões de refluxo (RR):

Coluna 1 (diâmetro 0,3 m, 25 m altura): 300 kPa

RR=0,7

Coluna 2 (diâmetro 0,3 m, 25 m altura): 220 kPa RR=0,75

Coluna 3 (diâmetro 0,3 m, 25 m altura): 150 kPa RR=0,8

Coluna 4 (diâmetro 0,6 m, 18 m altura): 9,0 kPa RR=0,6

5 Colunas 1 a 3 usa 16 m de folha metálica de $250 \text{ m}^2/\text{m}^3$, coluna 4 usa 10 m de recheio de malha de $500 \text{ m}^2/\text{m}^3$.

Para a corrente acima de 1 t/h, vapor de água de 256 kW foi necessário na destilação.

As correntes obtidas são listadas na tabela 1.

10 Os custos de energia (vapor de água e energia elétrica) para o processo de acordo com a invenção são cerca de 20% menores combinados com um investimento que é cerca de 10% menor do que para o processo de acordo com o estado da técnica.

As correntes obtidas são listadas na tabela 2.

Tabela 2

	água	MOP's	HA	MPG	DPGME	HBC	fluxo de massa [kg/h]
alimentação [% p]	97,45	0,05	0,09	2,04	0,32	0,05	1000
fundo C1 [% p]	96,73	0,03	0,11	2,67	0,42	0,04	764
topo C1 [% p]	99,87	0,11	0,01	0,00	0,00	0,00	236
fundo C2 [% p]	95,31	0,01	0,16	3,85	0,60	0,06	529
topo C2 [% p]	99,93	0,06	0,01	0,00	0,00	0,00	235
fundo C3 [% p]	91,69	0,01	0,27	6,85	1,07	0,11	298
topo C3 [% p]	99,96	0,03	0,01	0,00	0,00	0,00	231
fundo C4 [% p]	2,00	0,00	1,78	82,03	12,83	1,27	25
topo C4 [% p]	99,86	0,01	0,13	0,00	0,00	0,00	272
corrente de resíduo total [% p]	99,90	0,05	0,05	0,00	0,00	0,00	975

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para separar pelo menos um propileno glicol a partir de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, caracterizado pelo fato de compreender

5 (I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M''), em que a mistura (M'') é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa;

15 (II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água.

2. Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo fato de que o processo adicionalmente compreende a etapa de

(III) separar o pelo menos um propileno glicol da mistura (M-II) em pelo menos uma outra etapa de destilação.

20 3. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 ou 2, caracterizado pelo fato de que a mistura (M-I) é adicionalmente separada em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

25 4. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, caracterizado pelo fato de que a mistura (M'') e mistura (M-I) são combinadas e adicionalmente separadas em mistura (M-Ia) compreendendo pelo menos 90% em peso de água e mistura (M-Ib) compreendendo menos do que 95% em peso de água por meio de osmose reversa.

5. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo fato de que a mistura (M-Ib) e mistura (M-II) são combinadas antes da etapa (III).

6. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, caracterizado pelo fato de que na etapa (I) três estágios de evaporação (E1) a (E3) ou três estágios de destilação (D1) a (D3) são realizados.

7. Processo de acordo com a reivindicação 6, caracterizado pelo fato de que os três estágios de evaporação de acordo com a etapa (I) são realizados em pressões operacionais decrescentes nas faixas de

(E1) 150 a 550 kPa em uma temperatura de 111 a 155°C,

(E2) 130 a 500 kPa em uma temperatura de 107 a 152°C,

(E3) 70 a 400 kPa em uma temperatura de 90 a 144°C.

8. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, caracterizado pelo fato de que a mistura (M) compreende 0,01 a 25% em peso propileno glicol.

9. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, caracterizado pelo fato de que a mistura (M) é obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propeno.

10. Processo de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 9, caracterizado pelo fato de que a mistura (M) é obtida como um subproduto em um processo para a epoxidação de propileno compreendendo o estágio de

(a) reagir propileno com um hidroperóxido na presença de pelo menos um solvente e pelo menos um catalisador para obter uma mistura (M-a) compreendendo óxido de propileno.

11. Processo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo fato de que em estágio (a) o hidroperóxido é peróxido de hidrogênio.

12. Processo de acordo com a reivindicação 10 ou 11, caracterizado pelo fato de que em estágio (a) o catalisador é pelo menos um catalisador de zeólita de titânio e o solvente é metanol.

RESUMO

“PROCESSO PARA SEPARAR PELO MENOS UM PROPILENO GLICOL A PARTIR DE UMA MISTURA”

5 A presente invenção refere-se a um processo para separar pelo menos um propileno glicol de uma mistura (M) compreendendo água e citado propileno glicol, o citado processo compreendendo:

10 (I) evaporar uma mistura em pelo menos dois estágios de evaporação e/ou de destilação em pressões operacionais decrescentes dos evaporadores e/ou colunas de destilação obtendo mistura (M') e mistura (M'');

(II) separar uma mistura (M') obtida em (I) em pelo menos uma outra etapa de destilação, obtendo uma mistura (M-I) compreendendo pelo menos 70% em peso de água e uma mistura (M-II) compreendendo menos do que 30% em peso de água.