



19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 330 639**

51 Int. Cl.:
B01D 3/40 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **04741048 .5**

96 Fecha de presentación : **15.07.2004**

97 Número de publicación de la solicitud: **1654047**

97 Fecha de publicación de la solicitud: **10.05.2006**

54 Título: **Reciclaje de líquidos iónicos en destilación extractiva.**

30 Prioridad: **05.08.2003 DE 103 36 555**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:
14.12.2009

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:
14.12.2009

73 Titular/es: **BASF SE**
67056 Ludwigshafen, DE

72 Inventor/es: **Beste, York, Alexander;**
Schoenmakers, Hartmut;
Arlt, Wolfgang;
Seiler, Matthias y
Jork, Carsten

74 Agente: **Carvajal y Urquijo, Isabel**

ES 2 330 639 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Reciclaje de líquidos iónicos en destilación extractiva.

5 La presente invención se refiere a un método mejorado para el procesamiento de una corriente de fondo que contienen sustancias con punto alto de ebullición y de líquidos iónicos (LIs) de una rectificación extractiva.

10 En la industria tiene lugar un gran número de mezclas líquidas que no pueden separarse mediante rectificación convencional sino preferiblemente por rectificación extractiva [Stichlmair, S. und Fair, J., Distillation, ISBN 0-471-25241-7, página 241 y siguientes]. Este estado de cosas se fundamenta en la conducta similar de ebullición de los componentes de la mezcla; es decir, en su propiedad de distribuirse en la misma proporción de concentración molar, o casi la misma, en la fase de vapor y en la fase líquida, a una presión definida y una temperatura definida.

15 La dificultad de separación de una mezcla líquida binaria -que se compone de los componentes i y j- en el caso de la rectificación se refleja en el llamado factor de separación α_{ij} , en la proporción de los coeficientes de distribución de los componentes i y j. Cuanto más cerca llegue el factor de separación al valor de uno, tanto más difícil se vuelve la separación de los componentes de la mezcla por medio de la rectificación convencional, ya que debe aumentarse o bien el número de grados de separación (platos teóricos) de la columna de rectificación y/o bien la proporción de reflujo en la cima de la columna. Si el factor de separación asume el valor de uno, entonces está presente un punto azeotrópico y ya no es posible tampoco una mayor concentración de los componentes de mezcla mediante el aumento del número de grados de separación (platos teóricos) o de la proporción de reflujo. En general al usar el factor de separación debe notarse que éste puede ser mayor que o menor que 1 dependiendo de si el coeficiente de distribución de la sustancia con bajo punto de ebullición está en el numerador o en el denominador. Normalmente la sustancia con bajo punto de ebullición se mete en el numerador de modo que el factor de separación sea mayor de 1.

25 Un procedimiento practicado con frecuencia en la industria para la separación de sustancias con puntos de ebullición cercanos -entendiéndose por esto un factor de separación aproximadamente menor que 1,2- o de sistemas azeotrópicos representa la adición de un aditivo selectivo, del llamado agente de arrastre o entrainer, a una rectificación extractiva. Un aditivo adecuado influye mediante interacciones selectivas con uno o más de los componentes de la mezcla al factor de separación de modo que se haga posible la separación de los componentes que tienen puntos de ebullición cercanos o los componentes de mezcla que hierven azeotrópicamente. El componente de la cabeza es el componente que hierve más ligero en presencia del agente de arrastre (entrainer) y en el fondo se encuentra el componente que hierve más pesadamente en presencia del agente adicional (entrainer).

30 Una medida de la intensidad de las interacciones del agente de arrastre con uno o más de los componentes de la mezcla es la llamada selectividad. La selectividad se define como la proporción entre el coeficiente de actividad interfacial del componente i y el coeficiente de actividad interfacial del componente j cuando los componentes i y j están presentes en el agente de arrastre (entrainer) diluidos de manera infinita [Schult, C. J. *et al.*; Infinite-dilution activity coefficients for several solutes in hexadecane and in n-methyl-2-pyrrolidone (NMP): experimental measurements and UNIFAC predictions; Fluid Phase Equilibria 179 (2001) páginas 117-129]. Tal como se plantea por parte de Schult *et al.*, una selectividad superior del agente de arrastre (entrainer) conduce a una volatilidad relativamente superior, a una menor proporción de reflujo y, de esta manera, a costos más bajos de separación. Tal como se divulga abajo, es deseable una selectividad lo más alta posible, por ejemplo mayor de 1,3, preferiblemente mayor de 2,0.

35 En la memoria de patente WO 02/074718 se divulgó que los líquidos iónicos (LIs) son particularmente buenos agentes de arrastre (entrainer) para la separación de mezclas de fluidos que hierven estrechadamente o azeotrópicos y son superiores a los entrainers convencionales. La superioridad puede verse directamente en la selectividad y en el factor de separación. Al usar un líquido iónico el factor de separación en el punto azeotrópico es muy diferente de uno al usar un aditivo convencional en cantidades iguales.

40 Un primer objeto de la invención es un método para el procesamiento de una corriente de fondo que contiene una o más sustancias con punto alto de ebullición y un líquido iónico de una rectificación extractiva en la cual el líquido iónico se usa como agente de arrastre (entrainer), caracterizado porque la corriente de fondo se introduce a la etapa de evaporación que se opera a una presión de menos de 500 mbar donde la sustancia obtenida con punto alto de ebullición se separa del líquido iónico en su mayor parte en forma de vapor, de tal modo que el contenido de sustancia con el punto de ebullición en el líquido iónico se reduce a concentraciones menores de 5% en peso y el líquido iónico procesado se introduce a continuación a un depurador (columna de agotamiento o despojamiento) cargado con gas inerte o vapor recalentado el cual se opera a la presión ambiente.

45 Un segundo objeto de la invención es un método para el procesamiento de una corriente de fondo que contiene una o más sustancias con un punto alto de ebullición y líquido iónico de una rectificación extractiva en la que el líquido iónico se emplea como agente de arrastre, caracterizado porque la corriente de fondo se introduce a una etapa de evaporador que se opera a una presión menor que 500 mbar y la sustancia contenida con punto alto de ebullición se separa del líquido iónico en su mayor parte en forma de vapor, de tal modo que el contenido de sustancia con alto punto de ebullición en el líquido iónico se reduce a concentraciones menores de 5% en peso y el líquido iónico procesado se introduce a continuación a un depurador cargado con gas inerte o vapor recalentado el cual se opera a una presión menor de 900 mbar, particularmente preferible menor de 500 mbar.

ES 2 330 639 T3

Un tercer objeto de la invención es un método para el procesamiento de una corriente de fondo que contiene una o más sustancias con punto alto de ebullición y líquido iónico de una rectificación extractiva en la que el líquido iónico se emplea como agente de arrastre, caracterizado porque la corriente de fondo se introduce a un depurador cargado con vapor recalentado que contiene la sustancia con punto de ebullición bajo, el cual se opera a presión ambiente o a una presión menor que 900 mbar.

Por líquidos iónicos se entienden aquellos como se definen por parte de Wasserscheid y Keim en la Química aplicada 2000, 112, 3926-3945. El grupo de sustancias de los líquidos iónicos representa un nuevo tipo de solvente. Tal como se indica en la publicación mencionada, los líquidos iónicos son sales que se funden a temperaturas relativamente bajas y tienen un carácter iónico, no molecular. Son líquidos a temperaturas relativamente bajas y tienen una viscosidad relativamente baja. Poseen muy buenas solubilidades para un gran número de sustancias orgánicas, inorgánicas y poliméricas.

Los líquidos iónicos son líquidos en comparación con sales iónicas a temperaturas esencialmente bajas (normalmente por debajo de 200°C), y poseen con frecuencia un punto de fusión por debajo de 0°C, en el caso individual de hasta -96°C, lo cual es importante para la implementación industrial de la rectificación extractiva.

Además, los líquidos iónicos normalmente no son inflamables, no son corrosivos, son poco viscosos y se caracterizan por una presión de vapor no mensurable. Como líquidos iónicos se denominan según la invención aquellos compuestos que tienen al menos una carga positiva y al menos una carga negativa, aunque en total son de carga neutra, y tienen un punto de fusión por debajo de 200°C, preferiblemente por debajo de 100°C, particularmente preferible por debajo de la temperatura ambiente.

Los líquidos iónicos también pueden tener varias cargas positivas o negativas, por ejemplo 1 a 5, preferible 1 a 4, particularmente preferible 1 a 3, muy particularmente preferible 1 a 2, en especial de a una carga positiva y una negativa.

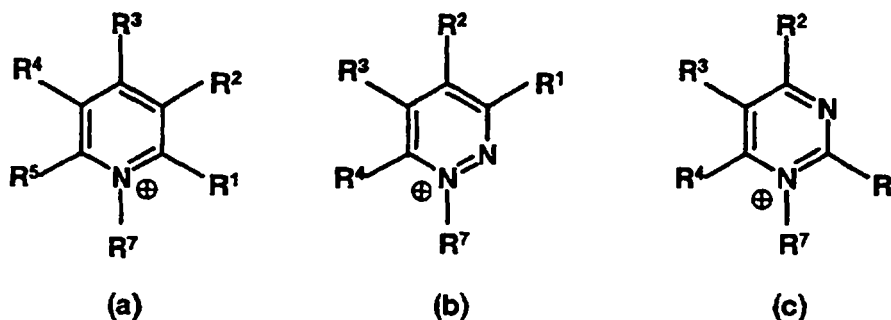
Las cargas pueden encontrarse dentro de una molécula en diferentes regiones localizadas o deslocalizadas; es decir como del tipo de las betaínas, o pueden distribuirse por separado en un anión y un catión. Se prefieren aquellos líquidos iónicos que están hechos de al menos un catión y al menos un anión. Tal como se indicó previamente, el catión y el anión pueden estar cargados con una o más cargas, preferiblemente con una carga.

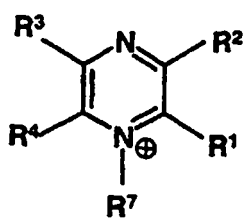
Obviamente, también son concebibles mezclas de diversos líquidos iónicos o mezclas de agentes de arrastre convencionales, tales como n-metilpirrolidona, dimetilformamida, etandiol, benceno, ciclohexano, agua, etc. Con líquidos iónicos.

Como catión se prefieren iones de amonio o fosfonio, o aquellos cationes que contienen al menos un heterociclo de cinco a seis miembros, el cual contiene al menos un átomo de fósforo o de de nitrógeno, así como opcionalmente un átomo de oxígeno o de azufre; particularmente se prefieren aquellos compuestos que contienen al menos un heterociclo de cinco a seis miembros que tiene uno, dos o tres átomos de nitrógeno y un átomo de azufre o uno de oxígeno; muy particularmente se prefieren aquellos con uno o dos átomos de nitrógeno.

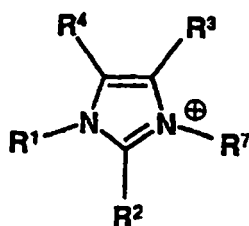
Líquidos iónicos particularmente preferidos son aquellos que tienen un peso molar por debajo de 1000 g/mol, muy particularmente preferible por debajo de 350 g/mol.

Además se prefieren aquellos cationes que se seleccionan de los compuestos de las fórmulas (Ia) hasta (Iw),

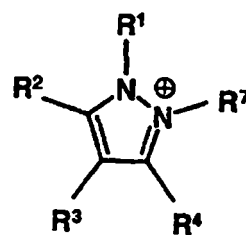




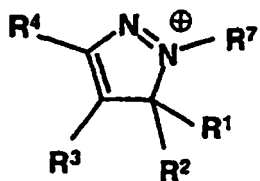
(d)



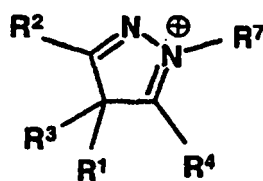
(e)



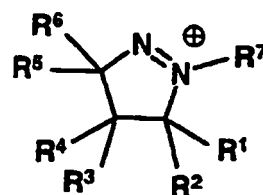
(f)



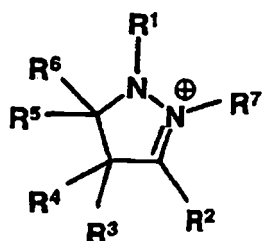
(g)



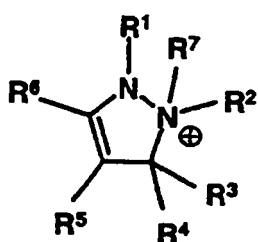
(h)



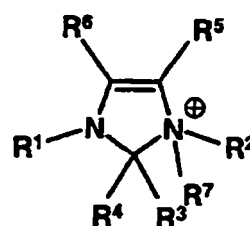
(i)



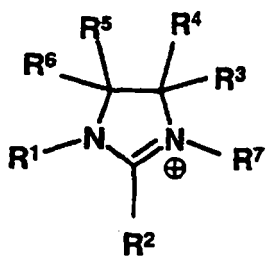
(j)



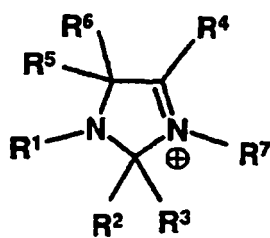
(k)



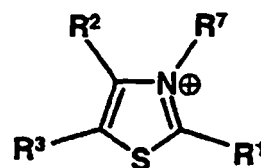
(l)



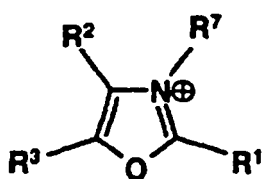
(m)



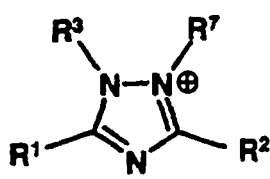
(n)



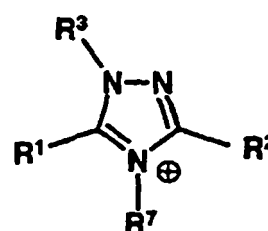
(o)



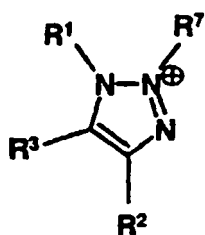
(p)



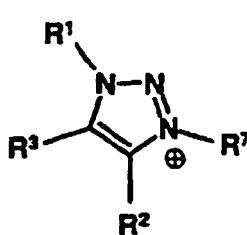
(q)



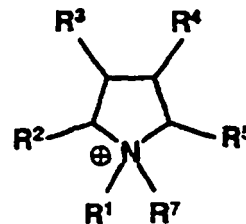
(r)



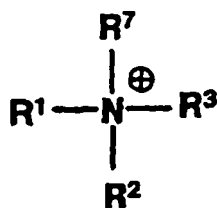
(s)



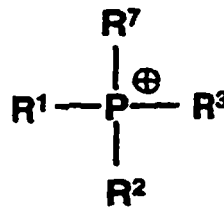
(t)



(u)



(v)



(w)

así como los oligo- y polímeros que contienen estas estructuras,

45 donde

50 R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 , R^6 y R^7 independientemente unos de otros significan respectivamente alquilo de $C_1 - C_{18}$, alquilo de $C_2 - C_{18}$ opcionalmente interrumpido por uno o varios átomos de oxígeno y/o de azufre y/o uno o varios grupos imino sustituidos o no sustituidos, arilo de $C_6 - C_{12}$, cicloalquilo de $C_5 - C_{12}$ o un heterociclo de cinco a seis miembros el cual tiene átomos de oxígeno, nitrógeno y/o azufre; o dos de ellos en conjunto forman un anillo insaturado, saturado o aromático y opcionalmente interrumpido por uno o varios átomos de oxígeno y/o de azufre y/o uno o varios grupos imino sustituidos; los residuos mencionados pueden estar sustituidos respectivamente por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, alquiloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos.

55 R^1 , R^2 , R^3 , R^4 , R^5 y R^6 pueden significar adicionalmente hidrógeno.

60 R^7 puede significar, además, alquiloilo de $C_1 - C_{18}$ (alquilcarbonilo), alquiloiloxicarbonilo de $C_1 - C_{18}$, cicloalquilcarbonilo de $C_5 - C_{12}$ o ariloilo de $C_6 - C_{12}$ (arilcarbonilo); los residuos mencionados pueden estar sustituidos respectivamente por grupos funcionales arilo, alquilo, ariloxi, alquiloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos.

65 En este punto significan alquilo de $C_1 - C_{18}$, opcionalmente sustituido por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, alquiloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos, por ejemplo, metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, sec-butilo, terc.-butilo, pentilo, hexilo, heptilo, octilo, 2-etilhexilo, 2,4,4-trimetilpentilo, decilo, dodecilo, tetradecilo, hexadecilo, octadecilo, 1,1-dimetilpropilo, 1,1-dimetilbutilo, 1,1,3,3-tetrametilbutilo, bencilo, 1-feniletilo, 2-feniletilo, α,α -dimetilbencilo, Benzhidrilo, p-tolilmetilo, 1-(p-butilfenil)-etilo, p-clorobencilo, 2,4-diclorobencilo, p-metoxibencilo, m-etoxibencilo, 2-cianoetilo, 2-cianopropilo, 2-metoxicarbonetilo, 2-etoxicarboniletilo, 2-butoxicarbonilpropilo, 1,2-di(metoxicarbonil)-etilo, 2-metoxietilo, 2-etoxietilo, 2-butoxietilo, dietoximetilo, dietoxietilo, 1,3-dioxolan-2-ilo, 1,3-

ES 2 330 639 T3

dioxan-2-ilo, 2-metil-1,3-dioxolan-2-ilo, 4-metil-1,3-dioxolan-2-ilo, 2-isopropoxietilo, 2-butoxipropilo, 2-octiloxietilo, clorometilo, 2-cloretilo, triclorometilo, trifluorometilo, 1,1-dimetil-2-cloroetilo, 2-metoxiisopropilo, 2-etoxietilo, butiltiometilo, 2-dodeciltioetilo, 2-feniltioetilo, 2,2,2-trifluoretilo, 2-hidroxietilo, 2-hidroxipropilo, 3-hidroxipropilo, 4-hidroxibutilo, 6-hidroxihexilo, 2-aminoetilo, 2-aminopropilo, 3-aminopropilo, 4-aminobutilo, 6-aminohexilo, 2-metilaminoetilo, 2-metilaminopropilo, 3-metilaminopropilo, 4-metilaminobutilo, 6-metilaminohexilo, 2-dimetilaminoetilo, 2-dimetilaminopropilo, 3-dimetilaminopropilo, 4-dimetilaminobutilo, 6-dimetilaminohexilo, 2-hidroxi-2,2-dimetiletilo, 2-fenoxietilo, 2-fenoxipropilo, 3-fenoxipropilo, 4-fenoxibutilo, 6-fenoxihexilo, 2-metoxietilo, 2-metoxipropilo, 3-metoxipropilo, 4-metoxibutilo, 6-metoxihexilo, 2-etoxietilo, 2-etoxipropilo, 3-etoxipropilo, 4-etoxibutilo o 6-etoxihexilo y, alquilo de C₂-C₁₈ opcionalmente interrumpido por uno o varios átomos de oxígeno y/o azufre y/o uno o varios grupos imino sustituidos o no sustituidos, por ejemplo, 5-hidroxi-3-oxa-pentilo, 8-hidroxi-3,6-dioxa-octilo, 11-hidroxi-3,6,9-trioxa-undecilo, 7-hidroxi-4-oxa-heptilo, 11-hidroxi-4,8-dioxa-undecilo, 15-hidroxi-4,8,12-trioxa-pentadecilo, 9-hidroxi-5-oxa-nonilo, 14-hidroxi-5,10-oxa-tetradecilo, 5-metoxi-3-oxa-pentilo, 8-metoxi-3,6-dioxa-octilo, 11-metoxi-3,6,9-trioxa-undecilo, 7-metoxi-4-oxa-heptilo, 11-metoxi-4,8-dioxa-undecilo, 15-metoxi-4,8,12-trioxa-pentadecilo, 9-metoxi-5-oxa-nonilo, 14-metoxi-5,10-oxa-tetradecilo, 5-etoxi-3-oxa-pentilo, 8-etoxi-3,6-dioxa-octilo, 11-etoxi-3,6,9-trioxa-undecilo, 7-etoxi-4-oxa-heptilo, 11-etoxi-4,8-dioxa-undecilo, 15-etoxi-4,8,12-trioxa-pentadecilo, 9-etoxi-5-oxa-nonilo o 14-etoxi-5,10-oxa-tetradecilo.

Si dos residuos forman un anillo, entonces estos residuos pueden significar conjuntamente 1,3-propileno, 1,4-butileno, 2-oxa-1,3-propileno, 1-oxa-1,3-propileno, 2-oxa-1,3-propileno, 1-oxa-1,3-propenileno, 1-aza-1,3-propenileno, 1-C₁-C₄-alquil-1-aza-1,3-propenileno, 1,4-buta-1,3-dienileno, 1-aza-1,4-buta-1,3-dienileno o 2-aza-1,4-buta-1,3-dienileno.

El número de átomos de oxígeno y de azufre y/o de grupos imino no es limitada. Normalmente no es mayor de 5 en el residuo, preferiblemente no es mayor de 4 y muy particularmente preferiblemente no es mayor de 3.

Además, normalmente entre dos heteroátomos se encuentra al menos un átomo de carbono, preferiblemente se encuentran al menos dos.

Imino-, metilimino-, iso-propilimino, n-butylimino o terc-butylimino pueden ser ejemplos de grupos imino sustituidos o no sustituidos.

Además, grupos funcionales significan carboxilo, carboxamida, hidroxilo, di-(C₁-C₄-alquil)-amino, C₁-C₄-alquiloxicarbonilo, ciano o C₁-C₄-alquiloxi, arilo de C₆-C₁₂ sustituido opcionalmente por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, alquiloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos, por ejemplo fenilo, toloilo, xililo, α -naftilo, β -naftilo, 4-difenililo, clorofenilo, diclorofenilo, triclorofenilo, difluorfenilo, metilfenilo, dimetilfenilo, trimetilfenilo, etilfenilo, dietilfenilo, iso-propilfenilo, terc.-butilfenilo, dodecilfenilo, metoxifenilo, dimetoxifenilo, etoxifenilo, hexiloxifenilo, metilnaftilo, isopropilnaftilo, cloronaftilo, etoxinaftilo, 2,6-dimetilfenilo, 2,4,6-trimetilfenilo, 2,6-dimetoxifenilo, 2,6-diclorfenilo, 4-bromfenilo, 2- o 4-nitrofenilo, 2,4- o 2,6-dinitrofenilo, 4-dimetilaminofenilo, 4-acetilfenilo, metoxietilfenilo o etoximetilfenilo, cicloalquilo de C₅-C₁₂ opcionalmente sustituido por grupos funcionales, arilo, alquilo, ariloxi, alquiloxi, halógeno, heteroátomos y/o heterociclos, por ejemplo ciclopentilo, ciclohexilo, ciclooctilo, ciclododecilo, metilciclopentilo, dimetilciclopentilo, metilciclohexilo, dimetilciclohexilo, dietilciclohexilo, butilciclohexilo, metoxiciclohexilo, dimetoxiciclohexilo, dietoxiciclohexilo, butiltiociclohexilo, clorociclohexilo, diclorociclohexilo, diclorociclopentilo así como un sistema bicíclico saturado o insaturado como, por ejemplo, norbornilo o norborneilo, un heterociclo de cinco o seis miembros que tenga átomos de oxígeno, nitrógeno y/o azufre, por ejemplo furilo, tiofenilo, pirrilo, piridilo, indolilo, benzoxazolilo, dioxolilo, dioxilo, benzimidazolilo, benzotiazolilo, dimetilpiridilo, metilquinolilo, dimetilpirrilo, metoxifurilo, dimetoxipiridilo, difluorpiridilo, metiltiofenilo, isopropiltiofenilo o terc.-butiltiofenilo y alquilo de C₁ a C₄, por ejemplo metilo, etilo, propilo, isopropilo, n-butilo, sec-butilo o terc.-butilo.

Alquiloilo de C₁ - C₁₈ (alquilcarbonilo) puede ser, por ejemplo, acetilo, propionilo, n-butiloilo, sec-butuloilo, terc.-butuloilo, 2-etilhexilcarbonilo, decanoilo, dodecanoilo, cloracetilo, tricloracetilo o trifluoracetilo.

Alquiloxicarbonilo de C₁ - C₁₈ puede ser, por ejemplo, metiloxilcarbonilo, etiloxilcarbonilo, propiloxilcarbonilo, isopropiloxilcarbonilo, n-butiloxilcarbonilo, sec-butiloxilcarbonilo, terc.-butiloxilcarbonilo, hexiloxilcarbonilo, 2-etilhexiloxilcarbonilo o benciloxilcarbonilo.

Cicloalquilcarbonilo de C₅ - C₁₂ puede ser, por ejemplo, ciclopentilcarbonilo, ciclohexilcarbonilo o ciclododecilcarbonilo.

Ariloilo de C₆ - C₁₂ (arilcarbonilo) puede ser, por ejemplo, benzoilo, toluilo, xiloilo, α -naftoilo, β -naftoilo, clorobenzoilo, diclorobenzoilo, triclorobenzoilo o trimetilbenzoilo.

Preferiblemente, R¹, R², R³, R⁴, R⁵ y R⁶ son, independientemente unos de otros, hidrógeno, metilo, etilo, n-butilo, 2-hidroxietilo, 2-cianoetilo, 2-(metoxicarbonil)-etilo, 2-(etoxicarbonil)-etilo, 2-(n-butoxicarbonil)-etilo, dimetilamino, dietilamino y cloro.

R⁷ es, preferiblemente, metilo, etilo, n-butilo, 2-hidroxietilo, 2-cianoetilo, 2-(metoxicarbonil)-etilo, 2-(etoxicarbonil)-etilo, 2-(n-butoxicarbonil)-etilo, acetilo, propionilo, t-butirilo, metoxicarbonilo, etoxicarbonilo o n-butoxicarbonilo.

ES 2 330 639 T3

Iones piridinio (Ia) particularmente preferidos son aquellos en los que uno de los residuos R^1 a R^5 es metilo, etilo o cloro, R^7 es acetilo, metilo, etilo o n-butilo y todos los otros son hidrógeno, o R^3 es dimetilamino, R^7 es acetilo, metilo, etilo o n-butilo y todos los otros son hidrógeno o R^7 es acetilo, metilo, etilo o n-butilo y todos los otros son hidrógeno o R^2 es carboxi o carboxamida, R^7 es acetilo, metilo, etilo o n-butilo y todos los otros son hidrógeno o R^1 y R^2 o R^2 y R^3 son 1,4-buta-1,3-dienileno, R^7 es acetilo, metilo, etilo o n-butilo y todos los otros son hidrógeno.

Iones piridazinio (Iib) particularmente preferidos son aquellos en los que uno de los residuos R^1 a R^4 es metilo o etilo, R^7 es acetilo, metilo, etilo o n-butilo y todos los otros son hidrógeno o R^7 es acetilo, metilo, etilo o n-butilo, y todos los otros son hidrógeno.

Iones pirimidinio (Ic) particularmente preferidos son aquellos en los que R^2 a R^4 son hidrógeno o metilo, R^7 es acetilo, metilo, etilo o n-butilo y R^1 es hidrógeno, metilo o etilo, o R^2 y R^4 es metilo, R^3 es hidrógeno y R^1 es hidrógeno, metilo o etilo y R^7 es acetilo, metilo, etilo o n-butilo.

Iones pirazinio (Id) particularmente preferidos son aquellos en los que

R^1 a R^4 son todos metilo y

R^7 es acetilo, metilo, etilo o n-butilo o R^7 es acetilo, metilo, etilo o n-butilo y todos los otros son hidrógeno.

20

Iones imidazolio (Ie) son aquellos en los que, independientemente uno de otro,

R^1 se selecciona de entre metilo, etilo, n-propilo, n-butilo, n-pentilo, n-octilo, n-decilo, n-dodecilo, 2-hidroxietilo o 2-cianoetilo,

25

R^7 se selecciona de acetilo, metilo, etilo o n-butilo y

R^2 a R^4 independientemente uno de otro significan hidrógeno, metilo o etilo.

30

Iones 1H-pirazolio (If) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente unos de otros,

R^1 se selecciona entre hidrógeno, metil o etilo,

35

R^2 , R^3 y R^4 se seleccionan entre hidrógeno o metilo y

R^7 entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo.

40

Iones 3H-pirazolio (Ig) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro, R^1 se selecciona entre hidrógeno, metilo o etilo,

R^2 , R^3 y R^4 se seleccionan entre hidrógeno o metilo y

45

R^7 se seleccionan entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo.

Iones 4H-pirazolio (Ih) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro,

50

R^1 a R^4 se seleccionan entre hidrógeno o metilo y

R^7 se selecciona entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo.

55

Iones 1-pirazolinio (Ii) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro,

R^1 a R^6 se seleccionan entre hidrógeno o metilo y

R^7 se selecciona entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo.

60

Iones 2-pirazolinio (Ij) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro,

R^1 se selecciona entre hidrógeno, metilo, etilo o fenilo,

65

R^7 se selecciona entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo y

R^2 a R^6 se seleccionan entre hidrógeno o metilo.

ES 2 330 639 T3

Iones 3-pirazolinio (Ik) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro

R¹ o R² se seleccionan entre hidrógeno, metilo, etilo o fenilo,

5 R⁷ se selecciona entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo y

R³ a R⁶ se seleccionan entre hidrógeno o metilo.

10 Iones imidazolio (Il) particularmente preferidos en los que, independientemente uno de otro,

R¹ o R² se seleccionan entre hidrógeno, metilo, etilo, n-butil o fenilo,

15 R⁷ se selecciona entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo y

R³ o R⁴ se seleccionan entre hidrógeno, metilo o etilo y

R⁵ o R⁶ entre hidrógeno o metilo.

20 Iones imidazolio (Im) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro,

R¹ o R² se seleccionan entre hidrógeno, metilo o etilo,

25 R⁷ se selecciona entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo y

R³ a R⁶ se seleccionan entre hidrógeno o metilo.

30 Iones imidazolio (In) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro,

R¹, R² o R³ se seleccionan entre hidrógeno, metilo o etilo,

35 R⁷ se selecciona de acetilo, metilo, etilo o n-butilo y

R⁴ a R⁶ se seleccionan entre hidrógeno o metilo.

40 Iones tiazolio (Io) o iones oxazolio (Ip) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro,

R¹ se selecciona entre hidrógeno, metilo, etilo o fenilo,

45 R⁷ se selecciona entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo y

R² o R³ se selecciona entre hidrógeno o metilo.

Iones 1,2,4-triazolio (Iq) y (Ir) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro,

50 R¹ o R² se seleccionan entre hidrógeno, metilo, etilo o fenilo,

R⁷ se selecciona entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo y

55 R³ se selecciona entre hidrógeno, metilo o fenilo.

Iones 1,2,3-triazoli (Is) y (It) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro,

60 R¹ se selecciona entre hidrógeno, metilo o etilo,

R⁷ se selecciona entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo y

R² o R³ se seleccionan entre hidrógeno o metilo, o

65 R² y R³ son 1,4-buta-1,3-dienileno y todos los otros son hidrógeno.

ES 2 330 639 T3

Iones pirrolidinio (Iu) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro,

R¹ y R⁷ se seleccionan entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo y

5 R², R³, R⁴ y R⁵ significan hidrógeno.

Iones amonio (Iv) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro,

10 R⁷ se selecciona entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo y

R¹, R², y R³ se seleccionan entre metilo, etilo, n-butilo, 2-hidroxietilo, bencilo o fenilo.

15 Iones fosfonio (Iw) particularmente preferidos son aquellos en los que, independientemente uno de otro,

R⁷ se seleccionan entre acetilo, metilo, etilo o n-butilo y

20 R¹, R², y R³ se seleccionan entre fenilo, fenoxi, etoxi y n-butoxi.

Entre éstos se prefieren los iones amonio, fosfonio, piridinio e imidazolio.

25 Como cationes se prefieren muy particularmente 1,2-dimetilpiridinio, 1-metil-2-etilpiridinio, 1-metil-2-etil-6-metilpiridinio, N-metilpiridinio, 1-butil-2-metilpiridinio, 1-butil-2-etilpiridinio, 1-butil-2-etil-6-metilpiridinio, N-butilpiridinio, 1-butil-4-metilpiridinio, 1,3-dimetilimidazolio, 1,2,3-trimetilimidazolio, 1-n-butil-3-metilimidazolio, 1,3,4,5-tetrametilimidazolio, 1,3,4-trimetilimidazolio, 2,3-dimetilimidazolio, 1-butil-2,3-dimetilimidazolio, 3,4-dimetilimidazolio, 2-etil-3,4-dimetilimidazolio, 3-metil-2-etilimidazol, 3-butil-1-metilimidazolio, 3-butil-1-etilimidazolio, 3-butil-1,2-dimetilimidazolio, 1,3-di-n-butilimidazolio, 3-butil-1,4,5-trimetilimidazolio, 3-butil-1,4-dimetilimidazolio, 3-butil-2-metilimidazolio, 1,3-dibutil-2-metilimidazolio, 3-butil-4-metilimidazolio, 3-butil-2-etil-4-metilimidazolio y 3-butil-2-etilimidazolio, 1-metil-3-octilimidazolio, 1-decil-3-metilimidazolio.

En especial se prefieren 1-butil-4-metilpiridinio, 1-n-butil-3-metilimidazolio y 1-n-butil-3-etilimidazolio.

35 Como aniones, por principio, son concebibles todos los aniones.

40 Como aniones se prefieren haluros, F, Cl⁻, Br⁻, I⁻, acetato CH₃COO⁻, trifluoracetato CF₃COO⁻, triflato CF₃SO₃⁻, sulfato SO₄²⁻, hidrosulfato HSO₄⁻, metilsulfato CH₃OSO₃⁻, etilsulfato C₂H₅OSO₃⁻, sulfito SO₃²⁻, hidrosulfito HSO₃⁻, cloruros de aluminio AlCl₄⁻, Al₂Cl₇⁻, Al₃Cl₁₀⁻, bromuro de aluminio AlBr₄⁻, nitrito NO₂⁻, nitrato NO₃⁻, cloruro de cobre CuCl₂⁻, fosfato PO₄³⁻, hidrofosfato HPO₄²⁻, dihidrofosfato H₂PO₄⁻, carbonato CO₃²⁻, hidrocarbonato HCO₃⁻.

Particularmente se prefieren acetatos, sulfonatos, tosilato p-CH₃C₆H₄SO₃⁻, sulfatos, fosfatos, bis(trifluorometilsulfonil)imida (CF₃SO₂)₂N⁻.

45 En la solicitud de patente WO 02/074718 se describe una forma de realización de la rectificación extractiva (véase figura 1). Con (2) se representa el flujo de entrada del agente de arrastre a una columna de rectificación en contravía. Puesto que en los métodos convencionales el agente de arrastre posee una volatilidad baja, pero perceptible, con respecto al producto de cabeza (corriente 7), para la separación entre el producto de cabeza y el agente de arrastre deben usarse los elementos de separación (1). Los elementos de separación (3) y (5) causan la separación deseada entre el producto de cabeza y de fondo por la acción del agente de arrastre, la corriente (4) es el flujo de alimentación de los componentes a separarse (feed), la corriente (6) es el producto de fondo y el agente de arrastre. Los elementos de separación pueden ser, por ejemplo, anaqueles, empaques ordenados o cuerpos de relleno no ordenados.

55 Si se usa líquido iónico como agente de arrastre, se tiene la ventaja que la presión de vapor del líquido iónico puro y con esto también su presión parcial en la mezcla con el producto de cabeza son aproximadamente iguales a cero. De esta manera los elementos de separación (1) pueden suprimirse. Este no es solo el caso cuando hay contenidas impurezas volátiles en el líquido iónico, las cuales, por ejemplo, no pudieron separarse completamente durante el reciclaje o cuando se usan mezclas de líquidos iónicos con solventes convencionales como agentes de arrastre. Para separar éstos del producto de cabeza es necesario, bajo ciertas circunstancias, una instalación de una sección de enriquecimiento entre el punto de alimentación para el líquido iónico y la cabeza de las columnas.

Las ventajas conocidas se líquidos iónicos frente a los agentes de arrastre convencionales en la rectificación extractiva son esencialmente:

65 • Los líquidos iónicos son más selectivos que los agentes de arrastre (entrainer) convencionales. Debido a sus selectividades comparativamente más altas hace posible que un menos flujo de masa, comparado con la rectificación extractiva convencionales, de agente de arrastre sea alimentado a la rectificación extractiva y/o que se reduzca el número de platos teóricos en la columna de rectificación extractiva.

ES 2 330 639 T3

• Como resultado de la presión de vapor extremadamente baja del agente de arrastre puede usarse diversas operaciones de separación que ofrecen ventajas operacionales y de costo de capital en relación con una segunda columna de rectificación extractiva convencional, con el fin de separar el agente de arrastre del producto de fondo.

5 • Los elementos de separación "1" en la figura 1 conducen a una separación de agente de arrastre del producto de cabeza, en la rectificación extractiva convencional, aunque la separación nunca es completa. No es posible una descarga de porciones de líquido iónico por la fase de vapor sin los elementos de separación "1" debido a la volatilidad extremadamente baja del líquido iónico.

10 • Los costos de inversión se reducen por la eliminación de los elementos de separación.

Líquidos iónicos adecuados son aquellos que, en una concentración total en el líquido de 5 a 90% en moles, preferible 10 a 70% en moles, conducen a una modificación del factor de separación mutuo de los componentes meta diferente de uno.

15 La aplicación de líquidos iónicos como entrainer (agentes de arrastre) en la rectificación extractiva es particularmente útil, entre otras cosas, para las siguientes aplicaciones, por ejemplo: azeotropos: aminas/agua, THF/agua, ácido fórmico/agua, alcoholes/agua, acetona/-metanol, acetatos/agua, acrilatos/agua, trimetilborato/metanol o mezclas con punto de ebullición muy próximos: ácido acético/agua, hidrocarburos de C₄, hidrocarburos de C₃, alcanos/alquenos, generación en general de materias polares y no polares que forman azeotropos o que poseen puntos de ebullición muy próximos.

20 No obstante, la recuperación de líquido iónico después de la destilación extractiva hasta ahora no ha sido resuelta satisfactoriamente. Los agentes de arrastre convencionales se separan del producto de fondo usualmente en una segunda columna de destilación. Puesto que los líquidos iónicos no son capaces de evaporarse, el enriquecimiento en un proceso destilativo en contra-corriente no es ventajoso y conduce a costos innecesarios de inversión.

25 En la WO 02/07418 se encuentra información general de cómo el agente de arrastre presente puede recuperarse (página 16). Junto con la evaporación también se menciona el uso de una columna de agotamiento o despojamiento (depurador) o la precipitación en forma de una fase sólida.

30 En la solicitud alemana de patente número 10313207.4 se describen procesos de separación por adsorción por medio del cual los productos con alto punto de ebullición que ya no pueden evaporarse deben separarse de un líquido iónico. Una situación así ocurre cuando los componentes capaces evaporarse ya se han separado del líquido iónico. Las mezclas en cuestión usualmente poseen una fracción muy alta de líquido iónico y un nivel bajo de impurezas las cuales, sin embargo, se concentrarían si no se hubieran separado. Las corrientes de purga de corrientes circulantes que contienen LIs son, por ejemplo, una de las aplicaciones principales de esto.

35 Es deseable, en general, separar un líquido iónico valioso de los productos con alto punto de ebullición después de la rectificación extractiva y recuperarlo con alta pureza. Sin embargo, un problema encontrado en este caso es que al separar un producto con punto alto de ebullición, capaz de evaporarse, mediante evaporación, se requieren temperaturas relativamente altas para una separación suficiente del producto con punto alto de ebullición y el líquido iónico. Cuanto más bajo es el contenido de productos con punto alto de ebullición en el LI, tanto mayor es la temperatura. Con un contenido de productos con punto alto de ebullición de cerca de 1% en peso, esa temperatura puede encontrarse en alrededor de 200°C. La temperatura exacta depende de la presión de vapor del producto con punto alto de ebullición en el LI. Con contenidos aún más bajos, de acuerdo con los cálculos puede llegar fácilmente a ser de 1000°C y más. Por un producto con punto alto de ebullición capaz de evaporarse se entienden en este contexto todos los productos capaces de evaporarse en la columna de destilación extractiva que no se retiran por la cabeza de la columna como productos deseados con punto bajo de ebullición. En el sistema de tetrahydrofurano (THF)/agua el producto con punto bajo de ebullición sería, por ejemplo, el THF y el agua sería el producto con punto alto de ebullición.

40 Una temperatura elevada de fondo conduce, además de un aumento de los costos de energía también a un aumento del despliegue de ingeniería del proceso. Además, el problema consiste en que, desde una temperatura determinada (la mayoría de las veces claramente por encima de 200°C) se observa una descomposición del líquido iónico, lo cual repercute adversamente sobre el proceso. Por lo tanto, la tarea consistió en encontrar un proceso mejorado para la obtención del líquido iónico, lo cual remedia las desventajas mencionadas y hace posible una separación técnicamente simple y económica.

45 Por consiguiente se encontró un proceso para el procesamiento de una corriente de fondo que contiene productos con punto alto de ebullición y líquido iónico de una rectificación extractiva en la que el líquido iónico se emplea como entrainer (agente de arrastre), el cual se caracteriza porque la corriente de fondo se alimenta a una etapa de evaporación que se opera a una presión menor de 500 mbar, preferiblemente menor que 100 mbar, particularmente preferible menor que 20 mbar; la mayor parte del producto contenido con punto alto de ebullición se separa del LI; es decir, su concentración se reduce a menos de 5%, preferiblemente menos de 1% y particularmente preferible menos de 100 ppm. La pureza necesaria del LI depende siempre de la pureza requerida en concreto para el método respectivo en la corriente del destilado de la rectificación extractiva. Debido a que tan pronto las impurezas se encuentran en el LI recirculado, éstas se evaporan parcialmente a la entrada de la cabeza de la columna y contaminan el destilado. Si es suficiente en el destilado una pureza de 95%, como por ejemplo en casos determinados al separar ácido fórmico/agua,

ES 2 330 639 T3

entonces en el líquido iónico recirculado también puede estar contenido hasta cerca de 5% de agua. Si por el contrario se requieren 40 ppm de pureza en la corriente de destilación, entonces el LI recirculado no debe estar contaminado tampoco más en este orden de magnitud con el producto con punto alto de ebullición (40-100 ppm).

- 5 Todas las concentraciones indicadas, a menos que se caracterice de otra manera, son en masa; es decir, significan porcentajes en peso y ppm significa ppm en peso.

Otro objeto de esta solicitud es un método alternativo para procesar una corriente de fondo que contiene producto con punto alto de ebullición y líquido iónico de una rectificación extractiva en la que el líquido iónico se usa como agente de arrastre, caracterizado porque la corriente de fondo se alimenta a un depurador cargado con un gas inerte. Dependiendo de la aplicación concreta de ingeniería de proceso se recomienda particularmente una operación del depurador a presión ambiente puesto que en este caso los gases inertes no deben comprimirse. En otras aplicaciones se halló como particularmente ventajosa la operación del depurador a una presión por debajo de la atmosférica, preferible a una presión menor que 900 mbar, particularmente preferible menor que 500 mbar puesto que en el caso de una corriente igual de gas inerte puede disminuirse el contenido de productos con punto alto de ebullición en el LI, o bien en el caso de una disminución del contenido se hace necesario una corriente más baja del gas inerte.

La reducción de presión según la invención durante la evaporación conduce a una separación suave y efectiva entre el producto evaporable con punto alto de ebullición y el líquido iónico. Para este propósito, el producto de fondo que contiene líquido iónico con impurezas del producto con punto alto de ebullición se alimentan a otro evaporador. Este se opera a presión reducida y, como resultado de esto, se lleva adelante la evaporación del producto con punto alto de ebullición a temperaturas relativamente bajas.

En una modalidad preferida, la rectificación extractiva se opera a aproximadamente la presión ambiente. No obstante, dependiendo de la aplicación concreta, también puede recomendarse particularmente un procedimiento de sobrepresión o sub-presión. Esto depende de la presión de vapor de los componentes a separarse y, por tanto, de la temperatura establecida para el condensador. Si los componentes a separarse hierven todos a temperaturas muy bajas, la persona técnica en la materia aumentará la presión en la columna para que la temperatura de condensador no baje por debajo de 50°C. De otro modo el agua de refrigeración ya no puede usarse para el enfriamiento y los costos se elevan puesto que el agua fría o incluso la salmuera son más costosas que el agua de refrigeración.

La presión en el evaporador es menor que aproximadamente 500 mbar, preferible menor que 100 mbar, particularmente menor que 20 mbar. En una modalidad preferida puede reducirse significativamente la fracción del producto con punto alto de ebullición en el líquido iónico a aproximadamente la misma temperatura en el evaporador como en el fondo de la columna.

Los vapores del producto con punto alto de ebullición o bien se retiran directamente por succión mediante una bomba de vacío, o bien primero se condensa y luego se llevan a presión ambiente por medio de una bomba de líquido o un tubo barométrico de caída. Un tubo barométrico de caída es un tubo largo de caída en el cual está el líquido y debido a su masa y a la columna de líquido acumula presión. Un tubo de 10 m de altura, lleno de agua, generaría ya un aumento de presión de 1 bar. La condensación del producto con punto alto de ebullición se efectúa a la presión del evaporador y en condiciones de sustancia pura puesto que solamente el producto con punto alto de ebullición en forma de vapor se halla presente en el condensador. De esta manera resultan temperaturas relativamente bajas que están en la mayoría de los casos incluso por debajo de 0°C. La temperatura respectiva depende de la presión de vapor del producto con punto alto de ebullición. Por ejemplo, la temperatura de ebullición del agua a 10 mbar es de 6,9°C. Aquí, según la tarea concreta de separación, puede ser necesaria una máquina de refrigeración para enfriar el condensador. La ventaja de la variante con condensador y una bomba de líquido a continuación es que casi no se pierde producto con punto alto de ebullición. Al usar una bomba de vacío sin condensador, se pierde producto con punto alto de ebullición por la fase gaseosa. Al usar una bomba de vacío con condensador a presión ambiente no se pierde nada de producto con punto alto de ebullición. La ventaja de esta variante es que el condensador puede refrigerarse la mayoría de las veces con agua barata de refrigeración. Es particularmente ventajoso emplear una bomba anular de líquido en calidad de bomba de vacío. Esto hace posible una condensación parcial durante la compresión y de esta manera se reducen los vapores de producto con punto alto de ebullición a comprimirse y el trabajo técnico indispensable. La bomba anular de líquido puede operarse en una modalidad preferida con líquido iónico como medio de propagación, lo cual tiene la ventaja de que el líquido iónico tiene una presión de vapor despreciable.

Tipos de evaporador particularmente apropiados son evaporadores de película descendente y evaporadores de película fina ya que proporcionan un tiempo de residencia corto y una pequeña diferencia de temperatura y de esta forma se reduce la carga térmica de los productos. El evaporador de película descendente es de una construcción sencilla y menos vulnerable puesto que no contiene piezas que rotan. De aquí que los costos de inversión y de operación de un evaporador de película descendente sean más bajos. Por lo tanto, cuando sea posible se debería usar un evaporador de película descendente.

Mediante el evaporador operado a presión por debajo de la atmosférica pueden lograrse concentraciones extremadamente bajas de producto con punto alto de ebullición en el líquido iónico que sale. Preferiblemente, este líquido iónico puede re-circularse a la rectificación extractiva y de esta manera pueden obtenerse purezas muy altas del producto con punto bajo de ebullición en el destilado de la rectificación extractiva.

ES 2 330 639 T3

En un método alternativo el producto de fondo que contiene líquido iónico con impurezas de producto con punto alto de ebullición se alimenta a un depurador operado usando gas o vapor. La presión en el depurador se encuentra preferiblemente, tal como se explica previamente, a aproximadamente la presión ambiente, aunque dependiendo de la aplicación concreta también puede recomendarse particularmente una operación del depurador a una presión menor que 900 mbar, particularmente preferible menor que 500 mbar. El depurador se opera preferiblemente a contracorriente (figura 3). En tal caso el líquido iónico cargado con el producto de punto alto de ebullición se introduce a la cabeza del depurador y el gas se introduce en el fondo. En el depurador la fase gaseosa se enriquece del producto con punto alto de ebullición de abajo hacia arriba y, dependiendo de la altura del depurador y de la corriente de gas utilizada, pueden obtenerse concentraciones extremadamente bajas del producto con punto alto de ebullición en el líquido iónico que sale de abajo. Este líquido iónico puede reintroducirse preferiblemente a la rectificación extractiva y, de esta manera, se obtienen purezas muy altas del producto con punto bajo de ebullición.

Para la extracción se usa un gas que sea preferiblemente barato, disponible, no tóxico e inerte. Particularmente se prefiere usar aire en calidad de gas inerte. Aquí debe tomarse en cuenta que en ciertas circunstancias el aire esté libre de humedad de aire (agua), es decir que debe secarse. La humedad de aire puede constituir hasta 1% en verano. Puesto que este aire se coloca en contacto con el líquido iónico que sale a contracorriente desde el fondo del depurador, la concentración de agua en el líquido iónico no podrá sobrepasar un valor en particular, en el caso de un contenido elevado de humedad atmosférica. Si la concentración de agua es demasiado alta, entonces se introduce mucha agua a la rectificación extractiva. Allí contamina el producto de cabeza o conduce a otros efectos indeseados. El secamiento de aire puede lograrse, por ejemplo, por métodos de adsorción que son conocidos en la literatura (tamices moleculares, etc.).

En una variante ventajosa, en calidad de medio de extracción también pueden emplearse vapores recalentados, preferiblemente de componentes que ya están presentes en el sistema, como por ejemplo los productos de punto bajo de ebullición ya contenidos. El uso de productos con punto bajo de ebullición resulta en la ventaja de que las trazas del producto con punto bajo de ebullición en el líquido iónico son aceptables puesto que el producto con bajo punto de ebullición no representa una impureza que interfiera cuando se re-introduce a la cabeza. Además, los vapores del depurador pueden entonces condensarse totalmente con agua de refrigeración ya que no se encuentra presente ningún gas inerte. Las pérdidas de producto con punto alto de ebullición son entonces mínimas.

El producto de cabeza del depurador contiene gas enriquecido con el producto con punto alto de ebullición. Este puede quemarse si no representa un producto valioso o, si no es tóxico, puede liberarse al aire del ambiente. Si no se desea pérdida, en gran parte puede separarse a través de un deflegmador. Por deflegmador se entiende un condensador parcial (los gases inertes no son condensables a estas temperaturas). También en este caso, dependiendo de la aplicación concreta, son necesarias nuevamente temperaturas bajas y, por lo tanto, una máquina de refrigeración para separar cuantitativamente el producto con punto alto de ebullición. Es de anotar que en la versión de depurador toda la corriente gaseosa, es decir el gas inerte o vapor y el producto con punto alto de ebullición deben refrigerarse. El desempeño de enfriamiento requerido es más bajo en la versión de evaporador en la que solo se enfría el producto con punto alto de ebullición.

Al decidir si es necesario un deflegmador, deben sopesarse nuevamente los altos costos de inversión frente a las pérdidas del producto con punto alto de ebullición. Esto es posible por medio de un cálculo de costos. Si una u otra variante es económica, se determina esencialmente por el sistema de materias y por la magnitud de la instalación.

Otra variante ventajosa del proceso es la combinación de un evaporador externo y un depurador. El producto de fondo que contiene líquido iónico con impurezas de producto con punto alto de ebullición se introduce en este caso primero, de acuerdo con la invención, a un evaporador operado por debajo de la presión atmosférica y luego a un depurador. Si el depurador se opera a presión ambiente o a presión reducida, depende también aquí de la respectiva tarea de separación. Debido a que la cantidad de los aparatos aumenta, se incrementan también los costos de inversión, pero por otra parte se reducen los costos de energía. En procesos en los que los costos de energía sobrepasan los costos de inversión, esta es una forma de realización preferida.

En todas las versiones descritas arriba, el evaporador puede operarse, particularmente en combinación con el depurador en una versión ventajosa, como evaporador instantáneo, es decir sin entrada de calor adicional. Entonces, el producto con punto alto de ebullición se evapora puramente por la reducción de presión. La entalpía de evaporación se obtiene en tal caso de la energía interna del líquido, es decir que se reduce la temperatura del líquido que entra en el evaporador. Puesto que la cantidad del producto con punto alto de ebullición es relativamente pequeña para la cantidad de líquido iónico, la reducción de temperatura también es pequeña. La ventaja de esta variante es que el intercambiador de calor en el evaporador puede economizarse.

En la sección de extracción de la rectificación extractiva, el producto con punto bajo de ebullición (BE) se separa del producto con punto alto de ebullición (AE) y del líquido iónico (LI) de modo que en el fondo ya no está presente el producto con punto bajo de ebullición. Esto es posible de lograr por medio de un número suficiente de platos teóricos en la sección de extracción por parte de la persona técnica en destilación si el LI proporciona una selectividad mayor a 1,3, lo cual es su tarea. Puesto que el LI no tiene presión de vapor, la fase de vapor en el fondo se compone totalmente del producto con punto alto de ebullición. Una parte de esta puede retirarse como una corriente lateral gaseosa. El dimensionamiento constructivo de la corriente lateral se efectúa según las reglas usuales. En este caso es de anotar que mediante un precipitador adecuado deben separarse gotitas de líquido puesto que de otro modo el LI se llevará afuera

ES 2 330 639 T3

con vapor. Puesto que el factor de separación entre LI y el AE es infinito, una etapa de evaporación es suficiente para la separación. Si están presentes otras impurezas con punto alto de ebullición o se forman en el fondo o se ha usado una mezcla de LI y solventes convencionales como agente de arrastre, se hacen necesarios más elementos de separación entre el fondo y la corriente lateral.

5

El producto con punto alto de ebullición se retira en la corriente lateral en la sección de extracción cercana al fondo, particularmente preferible de una de los 3 platos más al fondo, muy particularmente preferible directamente del plato de más abajo.

10

La cantidad óptima de la corriente lateral depende de la temperatura permitida en el fondo de la columna de rectificación extractiva. Cuanto más grande sea la corriente, más AE se retira de la sección de extracción de la columna y menos BE está presente en el LI y, de esta manera, en el fondo. Como consecuencia, la temperatura se incrementa en el fondo puesto que el LI no tiene presión de vapor. Aquí deben tomarse en consideración la estabilidad térmica de los componentes en el fondo y la capacidad térmica del material. La meta es un contenido lo más bajo posible de AE en el LI sin provocar daños térmicos. Dependiendo de la mezcla y de la presión de operación, la temperatura permitida en el fondo puede ser desde 50°C hasta por encima de 200°C. Es preferible en el rango de 100 a 200°C. Debido a la estabilidad térmica de los líquidos iónicos habituales, no debe excederse de una temperatura de 250°C, preferible de 200°C.

15

20

La corriente lateral permite que pueda reducirse fuertemente el contenido de AE en la corriente de fondo rica en LI. Es posible alcanzar contenidos de AE en el LI de menos de 10%, preferiblemente menos de 5%, particularmente preferible menos de 1% y los valores que pueden alcanzarse dependen de la presión y de la temperatura permitida en el fondo de la columna. Para la remoción del AE del LI es ventajoso no solo una temperatura alta sino también una alta presión de vapor del AE y una baja presión de columna.

25

Si el AE debe obtenerse como un producto líquido, la corriente lateral gaseosa debe licuarse por medio de un condensador adicional.

30

En una modalidad particularmente preferida, la etapa de procesamiento de evaporador y/o depurador según la invención se combina con la corriente lateral. Por este medio puede mejorarse aún más la recuperación suave y efectiva de líquido iónico altamente puro de una manera industrialmente sencilla. En la figura 2 se representa una combinación de corriente lateral y evaporador. A la columna de rectificación en contracorriente (20) se introduce la alimentación por el conducto (21) y el líquido iónico como agente de arrastre por el conducto (22). Por el conducto (23) se retira la corriente de cabeza. Por medio del conducto (24) se introduce la corriente de fondo a un evaporador (25) en el cual tiene lugar la separación según la invención del líquido iónico. El líquido iónico recuperado de esta manera puede reintroducirse de nuevo en contra corriente a la columna por el conducto (26). Por una corriente lateral (27) presente de manera adicional en una modalidad preferida se retira de la columna (20) el producto con punto alto de ebullición en forma de vapor, razón por la cual la separación se mejora más.

35

40

En la figura 2a el condensador con bomba de líquido que le sigue en el evaporador de la figura 2 se reemplazó por un compresor (28). Los vapores de producto con punto alto de ebullición que han sido comprimidos a presión ambiente se licúan en un condensador.

45

En la figura 2b con base en el diseño de las figuras 2 y 2a en calidad de compresor se emplea una bomba de líquido anular (29). Una parte del líquido iónico que sale del evaporador se enfría y se introduce como líquido anular a la bomba de líquido anular. Esta se opera de modo de flujo continuo. La mezcla obtenida de LI y AE a presión atmosférica se reintroduce a la sección de extracción.

50

En la figura 3 se ve una combinación de corriente lateral y columna de extracción. En la columna de rectificación (30) en contra-corriente se introduce la alimentación por el conducto (31) y el líquido iónico como agente de arrastre por el conducto (31). Por el conducto (33) se retira la corriente de cabeza. Por medio del conducto (34) se introduce la corriente de fondo a una columna de agotamiento o despojamiento (depurador) (35) en el cual se lleva a cabo la separación de acuerdo con la invención del líquido iónico. Para este propósito se conduce un gas inerte al depurador por el conducto (38) y se descarga la mezcla gaseosa que contiene producto con punto alto de ebullición por el conducto (39). En una modalidad preferida en un deflegmador se separan fracciones del producto con punto alto de ebullición. El líquido iónico recuperado de esta manera puede reintroducirse de nuevo por el conducto (36) a la columna de rectificación en contracorriente. Dependiendo de la aplicación concreta es necesario un intercambiador de calor para enfriar el LI hasta una temperatura adecuada antes de retornar a la columna de rectificación extractiva. Por la corriente lateral (37) presente de manera adicional en otra forma preferida de realización se retira el producto con punto alto de ebullición en forma de vapor de la columna (30), por lo cual se mejora más la separación.

55

60

Las propiedades y descripciones que se han mencionado con respecto al evaporador también aplican a la combinación preferida de evaporador y corriente lateral en la columna de rectificación extractiva. Además, resulta lo siguiente:

65

En la combinación de corriente lateral y evaporador, una gran parte del producto con punto alto de ebullición se separa en el fondo de la columna de rectificación extractiva por la corriente lateral y de esta manera es esencialmente más baja la corriente a separar en el evaporador conectado a continuación en la columna. La cantidad de líquido iónico que fluye por el evaporador permanece igual. Solo el contenido de producto con punto alto de ebullición se reduce.

ES 2 330 639 T3

El producto con punto alto de ebullición que se evapora en el evaporador operado a presión menor que la atmosférica puede o bien condensarse directamente y llevado a presión ambiente con una bomba de líquido o sacarse por succión con una bomba de vacío. Puesto que por la corriente lateral debe separarse menos producto con punto alto de ebullición en el evaporador, la tarea de separación en el evaporador es más fácil, puede hacerse más pequeño y consumirse menos energía al evaporarse y eventualmente a continuación condensarse.

En la mayoría de las veces la corriente lateral que contiene el producto con punto alto de ebullición también se condensa. El condensador de allí opera a una presión mayor que aquella en el condensador del evaporador conectado a continuación. Así, la energía de condensación de la corriente lateral se obtiene a temperatura más alta y puede utilizarse agua de refrigeración barata para retirar el calor. A temperatura suficiente, la energía de condensación puede utilizarse incluso para generación de vapor. Simultáneamente se reduce la energía de condensación en el condensador del evaporador la cual debe retirarse por medio de energía de refrigeración considerablemente más cara. Esta es una de las ventajas esenciales de la combinación de corriente lateral y evaporador.

Una desventaja del uso de una corriente lateral es que toda la energía que se consume por la rectificación extractiva debe suministrarse en el fondo de la columna a un nivel superior de temperatura. Adicionalmente, la energía a suministrarse en el fondo se incrementa debido a que el producto con punto alto de ebullición debe retirarse en forma de vapor por la corriente lateral. De esta manera se aumenta el evaporador de fondo.

Esto conduce a un incremento en los costos de inversión y de operación para la rectificación extractiva. Esto se balancea mediante una reducción significativa de los costos para el evaporador conectado a continuación. Ambos efectos deben tomarse en cuenta y sopesados uno con respecto al otro. Lo óptimo depende de las sustancias presentes en el sistema y la capacidad de la instalación. Puesto que la energía de refrigeración es generalmente más cara que el vapor, predominan con frecuencia las ventajas que se logran mediante la aplicación de una corriente lateral.

Las propiedades y descripciones que se han nombrado arriba sobre la variante con depurador también aplican para la combinación del depurador y corriente lateral en la rectificación extractiva. Además, resulta lo siguiente:

La mayor parte del producto con alto punto de ebullición se retira de la columna en forma de vapor por la corriente lateral. Si se requiere, esta corriente lateral puede licuarse en un condensador adicional. Puesto que el contenido de AE en el LI que sales del fondo de la columna es entonces más bajo, la tarea de separación para el siguiente depurador es más fácil. El gas o flujo de vapor requerido allí se vuelve más bajo y la columna de extracción se vuelve más delgada. Puesto que la concentración de AE en el LI en la entrada se reduce, también se reduce la altura necesaria del depurador. Sin embargo, la reducción en la altura es comparativamente pequeña puesto que no es tanto la concentración de entrada la que determina la altura de la columna sino la pureza requerida del LI que sale de la columna.

En la versión de corriente lateral con depurador y deflegmador se reducen considerablemente el desempeño de enfriamiento y el tamaño del deflegmador en adición a los cambios en el depurador como un resultado de la corriente lateral. Puesto que aquí solo una parte del producto con punto alto de ebullición sale por la corriente de cabeza del depurador, puede ser ventajoso en un caso individual desechar esta parte del producto con alto punto de ebullición con el gas inerte; es decir, no condensarlo. Pueden ahorrarse la máquina de refrigeración necesaria para la condensación, incluyendo la energía necesaria para el compresor y para la refrigeración. Es posible decidir si la reducción en los costos de inversión y operación mediante el ahorro del deflegmador con la máquina de refrigeración sobrepasan los costos por la pérdida de producto con punto alto de ebullición a partir de un cálculo de costos y depende del respectivo sistema material. Lo mismo aplica para la corriente lateral. Si es económico en el caso de la variante de depurador debe determinarse un cálculo de costos para el caso individual.

En una variante ventajosa se emplea vapor recalentado en calidad de "gas inerte" para la purificación del LI en el depurador. En el caso de una corriente lateral la cantidad de vapor requerida es relativamente pequeña, tal como ya se ha indicado arriba. La corriente de cabeza del depurador puede condensarse plenamente en esta variante puesto que no contiene gas inerte real. La corriente de líquido así producida contiene una mezcla de BE y AE que se introduce a la rectificación extractiva en un punto apropiado y de esta manera se procesa nuevamente. El producto con punto alto de ebullición se descarga solamente por la corriente lateral. La ventaja de esta variante es que no se necesita máquina de refrigeración para la condensación. Puede enfriarse con agua barata de enfriamiento. Adicionalmente, no se pierde nada de producto con punto alto de ebullición.

La versión con depurador y corriente lateral es particularmente ventajosa en los sistemas en los que el producto con punto alto de ebullición es agua. Luego, la corriente desde la cabeza del depurador puede simplemente descargarse al aire circundante debido a que contiene solo agua y gas inerte. Puesto que en el sistema ya hay agua contenida, el gas inerte eventualmente no debe secarse. Por medio de la máxima concentración permitida de agua en el LI recirculado desde el fondo del depurador debe decidirse si es indispensable un secamiento. Este se determina, tal como se indicó arriba, a partir de la concentración de agua en la corriente de gas inerte entrante y repercute en la contaminación de agua en el destilado de la columna.

El proceso de acuerdo con la invención ofrece una manera técnicamente simple y económica de procesar la corriente de fondo de la rectificación extractiva. Puede obtenerse líquido iónico en alta pureza con un pequeño despliegue en términos de aparatos. Las temperaturas requeridas para la separación son relativamente bajas lo cual no solo reduce el

ES 2 330 639 T3

consumo de energía sino también impide la descomposición indeseable del líquido iónico. El líquido iónico obtenido de esta manera puede recircularse a la columna y reusarse allí como agente de arrastre.

5 Versión solo con corriente lateral sin procesamiento adicional de la corriente de fondo: Si el LI cargado con AE residual se introduce directamente en la cabeza de la rectificación extractiva (circulación del LI), solo una parte del AE llegará a la fase de vapor en la cabeza y contaminará el producto de cabeza (BE). Si los requisitos de pureza son moderados para el BE, puede ser suficiente la disminución de contenido del AE en el LI con una sola corriente lateral y no es necesario más procesamiento adicional del LI.

10 En esta variante particularmente ventajosa se separaría en productos con punto alto y punto bajo de ebullición una mezcla azeotrópica o de productos con puntos de ebullición muy cercanos mediante la adición de un LI en una columna con corriente lateral sin otros aparatos adicionales. Frente a una rectificación extractiva normal que siempre necesita una segunda columna para el procesamiento del agente de arrastre, esto significa un ahorro considerable en costos de inversión.

15 Todas las variantes de procesamiento hasta ahora han sido descritas para los líquidos iónicos. Estas son válidas de manera análoga para todos los agentes de arrastre en la destilación extractiva que tienen una presión de vapor particularmente baja, como por ejemplo polímeros hiper-ramificados [Seiler, M.; "Dendritic Polymers - interdisciplinary research and emerging applications from unique structural properties", Chem. Eng. Technol., 25, 3, 237 (2002)], dendrímeros [Inoue, K., "Functional dendrimers, hiperbranched and star polymers" Prog. Polym. Sci., 25, 453 (2000)] o sustancias similares.

Ejemplos

25 En los siguientes ejemplos todas las concentraciones están referidas a la masa, si no se indica algo diferente; es decir que % significa % en peso y ppm significa ppm en peso.

30 En todos los ejemplos la alimentación a la columna de rectificación extractiva fue de 844 kg/h de una mezcla binaria que se componía de 77% de TMB(trimetilborato) y 23% de metanol. La columna tenía siempre 20 platos teóricos y se operaba a una proporción de reflujo de PR = 0,5 y una presión de P = 1 bar. La bandeja de alimentación estuvo siempre en el plato teórico 12. Los experimentos se llevaron a cabo de modo que se obtuvieran 650 kg/h de TMB con un contenido residual de metanol de 500 ppm en calidad de producto de cabeza.

Rectificación extractiva con evaporador a 1 bar (Ejemplo 1)

35 (Compárese figura 2 con corriente lateral y sin válvula reguladora entre columna y evaporador)

40 En la cabeza de la columna se suministró el líquido iónico LI (1-etil-3-metil-imidazolio-tosilato) con 1441 kg/h. El LI contenía 103 ppm de metanol. Las temperaturas de cabeza y fondo se ajustaron en 67 y 95,4°C. Como producto de fondo resultó una corriente de 1635 kg/h con 88% de LI y 12% de metanol. El producto de fondo se llevó al evaporador conectado a continuación. Este se operó a 1 bar y 180°C. Los vapores allí resultantes se condensaron en un condensador a 1 bar y 64,6°C. Como vapores del evaporador se obtuvieron 179 kg/h de metanol puro. La corriente saliente del fondo tenía una velocidad de flujo de 1456 kg/h con 99% de LI y 1% de metanol. Las siguientes cantidades de energía se consumieron por parte de los intercambiadores de calor:

45 Condensador de columna: 90 kW, evaporador de columna: 134 kW, evaporador conectado a continuación: 182 kW, condensador de la etapa de evaporador: 64 kW.

50 Resultado: la corriente del fondo del evaporador debería re-introducirse propiamente a la rectificación extractiva como LI purificado. En esta variante aún contiene 1% de metanol. Si la corriente se reutilizara realmente como agente de arrastre en la rectificación extractiva, no podría lograrse la pureza del producto de cabeza de 500 ppm de metanol. En esta versión, el rendimiento del fondo del evaporador debe descartarse y debe suministrarse LI continuamente a la rectificación extractiva. Un proceso así no es viable desde el punto de vista económico.

Rectificación extractiva con evaporador a 10 mbar (Ejemplo 2)

(Compárese figura 2 sin corriente lateral)

60 Aquí solo se describen las propiedades que difieren del ejemplo 1: El evaporador conectado a continuación de la rectificación extractiva se operó a 10 mbar y 180°C. Los vapores de evaporador se condensaron completamente en el condensador a -19,5°C. Se obtuvo aquí una corriente de metanol pura de 194 kg/h. En el evaporador conectado a continuación y el condensador se transfirió una cantidad de energía de 185 kW o 81 kW.

65 Resultado: En esta versión ventajosa, se logró un contenido residual de metanol de 100 ppm, en el líquido iónico a recircularse, a la misma temperatura del evaporador conectado a continuación. Este LI puede utilizarse nuevamente como agente de arrastre para lograr la pureza requerida del destilado. La rectificación extractiva se operó sin modificarse en comparación con el ejemplo 1.

ES 2 330 639 T3

Rectificación extractiva con depurador (Ejemplo 3)

(Compárese la figura 3 sin corriente lateral)

5 Aquí solo se describen las propiedades que se desvían del ejemplo 1: Como agente de arrastre se alimentaron 1523 kg/h de LI, el cual estaba contaminado con 1 ppm de metanol. Como producto de fondo de la rectificación extractiva resultó una corriente de 1717 kg/h con 89% de LI y 11% de metanol. Se alimentó a la cabeza del depurador, el cual tenía en total 9 platos teóricos y se operó a 1 bar. En el fondo se alimentaron 2305 kg/h de aire seco, pre-calentado a 180°C. La corriente de cabeza del depurador se alimentó a un deflegmador el cual separó a -5,4°C una gran parte del metanol gaseoso. En el deflegmador resultaron 122 kg/h de metanol líquido. El residuo del metanol salió con la corriente de aire con un contenido residual de 3% de metanol. La descarga del fondo del depurador fue de 1523 kg/h de LI con una carga residual de metanol de 1 ppm. Las cantidades de energía necesarias en los intercambiadores de calor fueron: evaporador de columnas: 138 kW, precalentamiento de aire de depurador: 100 kW, deflegmador del depurador: 88 kW.

15 Resultado: por el depurador conectado a continuación el contenido residual de metanol en el líquido iónico a recircular puede reducirse hasta 1 ppm. Este valor se encuentra significativamente más abajo que en el ejemplo 2 (versión con evaporador a 10 mbar). Para lograr este valor en la versión de evaporador deben establecerse allí temperaturas aún más altas o presiones aún más bajas, esencialmente. Para tareas de separación en las que se requieren purzas de cabeza particularmente altas en la rectificación extractiva, la variante de depurador es superior a la variante de evaporador.

Rectificación extractiva con evaporador y depurador (Ejemplo 4)

25 Aquí se ilustran solo las propiedades que se desvían del ejemplo 1: El evaporador se operó a 0,28 bar y 140°C. Del evaporador salieron 182 kg/h de metanol puro en forma de vapor. La corriente de fondo abarcó 1452 kg/h de LI con 0,8% de metanol. Esté se suministró de la cabeza del depurador. Se condujeron en contra-corriente 102 kg/h de aire seco, no precalentado. La corriente de cabeza del depurador produjo hasta 113 kg/h de aire con 10% de metanol. En el fondo del depurador se retiraron 1441 kg/h de LI con un contenido residual de 1 ppm de metanol. Las cantidades de energía necesarias en los intercambiadores de calor fueron: evaporador conectado corriente abajo: 117 kW, condensador del evaporador: 66 kW, precalentamiento de aire del depurador: 0 kW.

35 Resultado: Por la combinación de flash y depurador fue posible que se generara líquido iónico de alta pureza, el cual puede alimentarse en recirculación. La temperatura máxima en toda la instalación fue de 140°C. De esta manera se reduce la energía requerida. Con un aporte de energía de 251 kW (fondo de la columna más el evaporador conectado a continuación) esta variante particularmente ventajosa es muy favorable desde el punto de vista energético.

Rectificación extractiva con corriente lateral y evaporador a 10 mbar (Ejemplo 5)

40 (Compárese figura 2)

Aquí se ilustran solo las propiedades que se desvían del ejemplo 1 o 2: La cantidad de agente de arrastre alimentada estuvo en 1384 kg/h de LI con un contenido residual de 103 ppm de metanol. Del fondo se retiraron 179 kg/h de metanol gaseoso puro como corriente lateral y después se condensaron a 64,6°C. La temperatura de fondo se elevó a 180°C. Como producto de fondo de la columna resultaron 1399 kg/h con 99% de LI y 1% de metanol. El evaporador se operó a 10 mbar y 180°C y el condensador a -19,5°C. Los vapores de evaporador alcanzaron 15 kg/h y estaban compuestos de 100% de metanol. El fondo de evaporador (LI para recirculación) estuvo en 1384 kg/h de LI con un contenido residual de 103 ppm de metanol. Las cantidades de energía del intercambiador de calor fueron: evaporador de columnas: 301 kW, condensador de columna lateral: 60 kW, evaporador conectado corriente abajo: 4 kW, condensador: 6 kW.

50 Resultado: tal como en el ejemplo 2, se logra la pureza requerida en la descarga del fondo del evaporador conectado corriente abajo y el LI puede recircularse. En esta versión particularmente ventajosa, la cantidad de calor en el condensador del evaporador conectado corriente abajo, a retirarse por la corriente lateral a -19,5°C, es sustancialmente más baja. Esto es ventajoso porque la energía de refrigeración es sustancialmente más cara que el vapor. Adicionalmente se baja la cantidad de recirculación del LI requerido y la pérdida de metanol es baja.

Rectificación extractiva con corriente lateral y evaporador a 10 mbar y bomba de anillo líquido (Ejemplo 6)

(Compárese figura)

60 Aquí se ilustran solo los resultados que se desvían del ejemplo 5: se usó la bomba de anillo líquido para establecer 10 mbar en el evaporador conectado corriente abajo y comprimir el metanol aspirado a la presión ambiente. La bomba se operó con LI como líquido de bomba. Para este propósito se ramificaron 100 kg/h de una parte de LI saliente del fondo del evaporador conectado corriente abajo y se enfriaron a 28°C. Este LI se alimentó a la bomba de anillo líquido. Durante la compresión en la bomba se disolvió una gran parte del metanol en el LI. La corriente de 102,6 kg/h, saliente a presión ambiente, contiene 97,5% de LI y 2,5% de metanol. Se recirculó al fondo de la rectificación extractiva. La corriente lateral en forma de vapor en el fondo de la columna se subió a 193,8 kg/h de metanol puro por medio de esta recirculación. A la columna de rectificación extractiva se suministraron en este caso 1381 kg/h de LI con 103 ppm de

ES 2 330 639 T3

metanol. La descarga del fondo de la columna fue de 1496 kg/h de LI con 1% de metanol. Durante la compresión en la bomba de anillo líquido la mezcla de LI/metano se calentó poco. Los desempeños del intercambiador de calor fueron: evaporador de columnas: 319 kW, condensador de corriente lateral: 65 kW, evaporador: 4 kW, enfriamiento adicional para el LI hacia la bomba de anillo líquido 3 kW.

5

Resultado: En esta variante particularmente ventajosa se reemplaza la máquina de refrigeración por una bomba de anillo líquido. La temperatura de 28°C que se logra con agua de enfriamiento económica alcanza para condensar una gran parte del metanol. Puesto que la cantidad de gas se reduce, también se reduce la energía necesaria para la compresión. La totalidad del metanol puede retirarse por la salida lateral en forma de vapor. La corriente de LI necesaria para la bomba de anillo líquido se encuentra solo en cerca del 7% de toda la corriente de recirculación del LI. La instalación se simplifica de esta manera y los costos de inversión y de operación se reducen.

10

Rectificación extractiva con corriente lateral, depurador y deflegmador (Ejemplo 7)

15 (Compárese figura 3)

Aquí se ilustran solo las propiedades que se desvían del ejemplo 1 ó 3: como agente de arrastre se suministraron 1364 kg/h de LI a la columna. Se retiraron 179 kg/h de metanol puro como corriente lateral en forma de vapor del fondo y luego se condensaron. La temperatura del fondo alcanzó 180°C. Como producto del fondo resultaron 1378 kg/h de una mezcla de 99% de LI y 1% de metanol. Esta se suministró a la cabeza del depurador. La corriente de aire alcanzó 34 kg/h. Se secó pero no se pre-calentó. Los vapores del depurador se alimentaron a un deflegmador. Allí se condensaron 35 kg/h de metanol a -5,4°C. Como producto de fondo del depurador resultaron 1364 kg de LI con una carga residual de 1 ppm de metanol. Las cantidades de energía de los intercambiadores de calor fueron: evaporador de columnas: 299 kW, condensador de corriente lateral: 60 kW, deflegmador 7 kW.

20

Resultado: En esta versión particularmente ventajosa se consumió significativamente menos aire en comparación con el ejemplo 3. De esta manera se reduce la necesidad de frío del deflegmador. Adicionalmente el aire no debe precalentarse. El LI resultante en el fondo del depurador también tiene una muy buena pureza y puede reutilizarse directamente en la rectificación extractiva.

25

30

35

40

45

50

55

60

65

REIVINDICACIONES

5 1. Método para el procesamiento de una corriente de fondo que contiene uno o más productos con punto alto de ebullición y líquido iónico de una rectificación extractiva, en la cual el líquido iónico se emplea como agente de arrastre, **caracterizado** porque se alimenta la corriente de fondo a una etapa del evaporador la cual se opera a una presión menor de 500 mbar y se separa el producto con punto alto de ebullición, contenido en su mayor parte en forma de vapor, del líquido iónico de modo que el contenido de producto con punto alto de ebullición en el líquido iónico se reduce a concentraciones menores de 5% en peso, y a continuación se alimenta el líquido iónico tratado a un
10 depurador (columna de agotamiento o despojamiento) cargado con gas inerte o vapor recalentado y el depurador se opera a presión ambiente.

15 2. Método para el procesamiento de una corriente de fondo que contiene uno o más productos con punto alto de ebullición y líquido iónico de una rectificación extractiva en la que se usa líquido iónico como agente de arrastre, **caracterizado** porque se alimenta la corriente de fondo a una etapa de evaporador la cual se opera a una presión menor que 500 mbar, y el producto con punto alto de ebullición contenido se separa en su mayor parte en forma de vapor del líquido iónico, de tal modo que el contenido de producto con punto alto de ebullición en el líquido iónico se reduce a concentraciones menores de 5% en peso, y a continuación se alimenta el líquido iónico procesado a un depurador cargado con gas inerte o vapor recalentado y el depurador se opera a una presión menor de 900 mbar, particularmente
20 preferible menor que 500 mbar.

25 3. Método para el procesamiento de una corriente de fondo que contiene uno o más productos con punto alto de ebullición y líquido iónico de una rectificación extractiva en la que el líquido iónico se usa como agente de arrastre, **caracterizado** porque se alimenta la corriente de fondo a un depurador cargado con un vapor recalentado, el cual contiene el producto con punto bajo de ebullición, y el depurador se opera a presión ambiente o a una presión menor que 900 mbar.

4. Método según las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado** porque se emplea aire como gas inerte en la destilación.

30 5. Método según la reivindicación 4, **caracterizado** porque se emplea gas inerte secado para la destilación.

6. Método según las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado** porque en la cabeza del depurador se emplea un deflegmador para separar el producto con punto alto de ebullición que aún esté contenido.

35 7. Método según las reivindicaciones 1 a 2 ó 4 a 6, **caracterizado** porque la evaporación se lleva a cabo en el evaporador conectado a continuación de la columna de rectificación extractiva sin suministro adicional de calor mediante evaporación por despresurización.

40 8. Método según las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado** porque se retira producto con punto alto de ebullición en forma de vapor por medio de una corriente lateral en la columna de rectificación extractiva.

45 9. Método según la reivindicación 8, **caracterizado** porque la corriente lateral usada para la separación del producto con punto alto de ebullición se posiciona preferiblemente en la sección de agotamiento de la columna extractiva cerca del fondo, particularmente preferible en uno de los 3 platos teóricos inferiores, muy particularmente preferible directamente en el plato teórico más inferior (fondo).

10. Método según las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado** porque se re-circula de vuelta el líquido iónico obtenido por el procesamiento a la columna de rectificación extractiva.

50 11. Método según la reivindicación 1 a 2, **caracterizado** porque en el caso de emplear un evaporador se emplea una bomba de anillo de líquido para la compresión de los vapores del evaporador a presión ambiente y la bomba de anillo de líquido se opera con líquido iónico como líquido de anillo.

55 12. Uso del método según las reivindicaciones 1 a 11 para separación de mezclas que contienen sustancias polares y apolares las cuales forman azeotropos o tienen puntos de ebullición muy próximos.

60

65

FIG.1

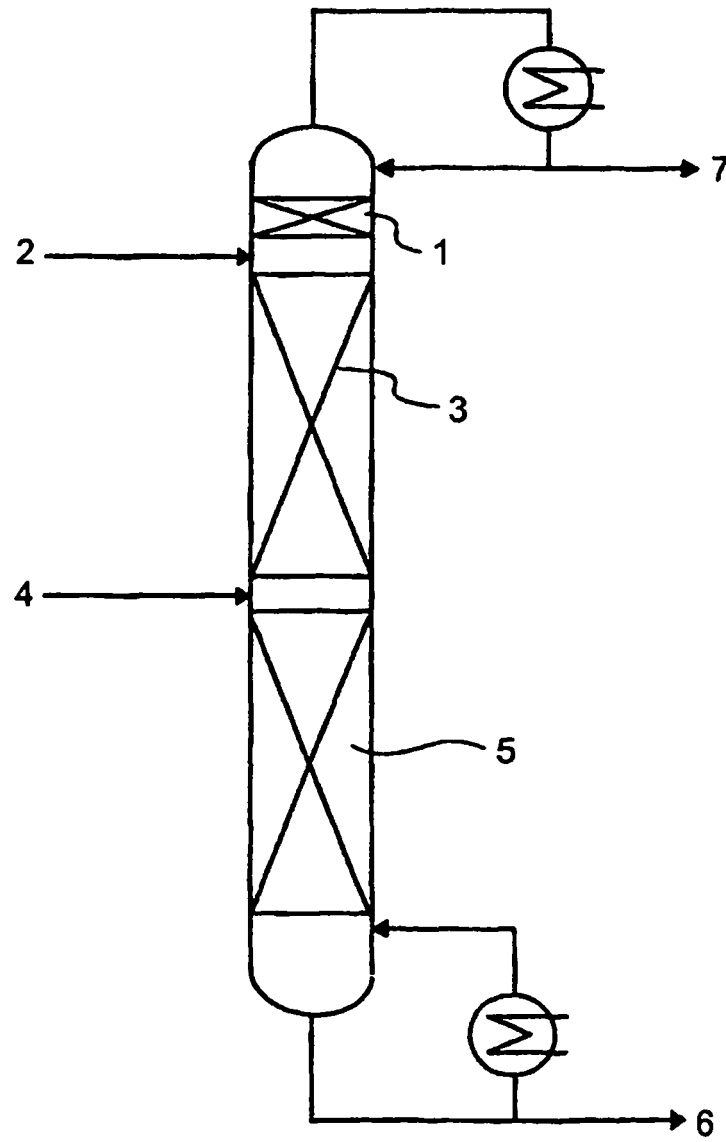


FIG.2

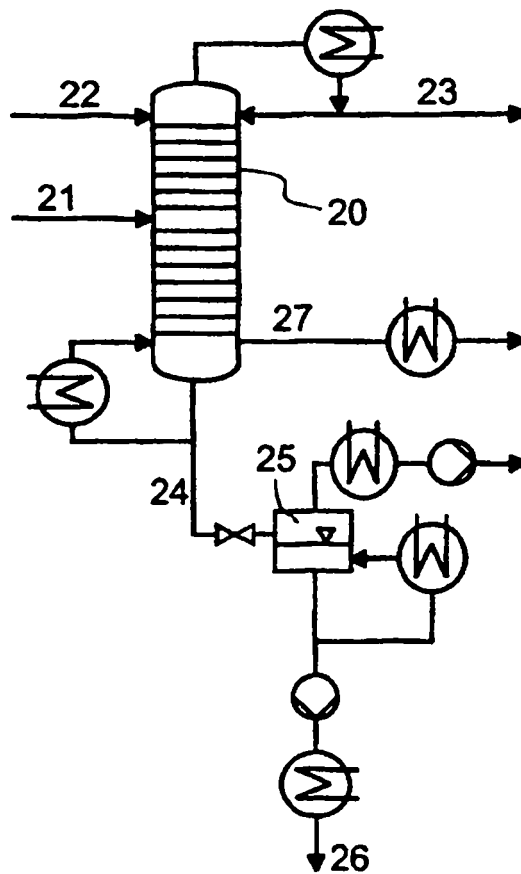


FIG.2A

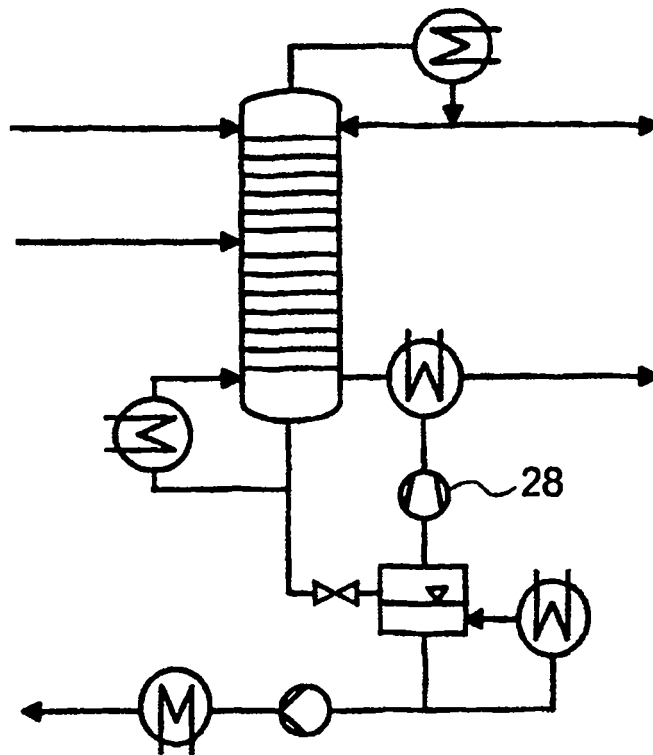


FIG.3

