

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 394 041**

51 Int. Cl.:

C07C 68/06 (2006.01)

C07C 69/96 (2006.01)

C07C 29/12 (2006.01)

C07C 31/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.01.2008 E 08708012 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la solicitud europea: **25.11.2009 EP 2121566**

54 Título: **Proceso para la preparación de un alcanodiol y un carbonato de dialquilo**

30 Prioridad:

23.01.2007 EP 07100967

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

16.01.2013

73 Titular/es:

**SHELL INTERNATIONALE RESEARCH
MAATSCHAPPIJ B.V. (100.0%)
CAREL VAN BYLANDTLAAN 30
2596 HR THE HAGUE, NL**

72 Inventor/es:

**NISBET, TIMOTHY MICHAEL;
VAPORCIYAN, GARO GARBIS;
VROUWENVELDER, CORNELIS LEONARDO
MARIA y
WOOD, PAUL**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 394 041 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

Proceso para la preparación de un alcanodiol y un carbonato de dialquilo

La presente invención se refiere a un proceso para la preparación de un alcanodiol y un carbonato de dialquilo. Más particularmente, la invención se refiere a un proceso para la preparación de tales compuestos a partir de un carbonato de alquileo y un alcohol.

Tal proceso se conoce, por ejemplo del documento de Patente de los EE.UU. de número US-A 5.359.118. Este documento describe un proceso en donde se preparan carbonatos de dialquileo de (C₁-C₄) por transesterificación de un carbonato de alquileo con un alcohol de C₁-C₄. Así, el carbonato de alquileo y una alimentación de alcohol se hacen reaccionar a contracorriente en una columna con la ayuda de un catalizador. El catalizador es generalmente homogéneo, aunque también se sugiere el uso de catalizadores heterogéneos. El carbonato de alquileo se introduce en la parte superior de la columna y escurre hacia abajo desde arriba. La alimentación de alcohol que comprende un alcohol puro y una corriente, que comprende al alcohol y también al carbonato de dialquilo, se alimenta a la columna en una parte inferior. El alcohol fluye hacia arriba y reacciona a contracorriente con el carbonato de alquileo para obtener carbonato de dialquilo con alcohol sin reaccionar como el efluente de la parte superior y el alcanodiol con cualquier alcohol arrastrado como el efluente de cola. El efluente de la parte superior se somete a tratamientos de destilación para producir una corriente rica en alcohol que comprende al alcohol y cantidades menores de carbonato de dialquilo. Esta corriente se alimenta a la columna como parte de la alimentación del alcohol. La corriente de cola se procesa resultando una corriente de alquilen- glicol y un concentrado que contiene el catalizador que se recicla parcialmente.

El proceso describe la formación de subproductos de punto de ebullición elevado, tales como los poliglicoles. En el proceso conocido, estos subproductos de punto de ebullición elevado están contenidos en el concentrado que contiene el catalizador. Parte del concentrado se recicla a la transesterificación, mientras que se elimina otra parte.

Aunque el proceso conocido describe la formación de poliglicoles, éste no aborda el problema de la eliminación de tales poliglicoles, en particular los dímeros del alcanodiol, también conocidos como dialquilen- glicoles. Por otra parte, el proceso conocido presupone que no sale del reactor carbonato de alquileo sin convertir. En la práctica, la transesterificación a carbonato de dialquilo no será del 100 %. Por lo tanto, el producto de cola del proceso conocido no contendrá sólo poliglicoles, como se sugiere en el documento de Patente de los EE.UU. de número US-A 5.359.118, sino que también contendrá algo de carbonato de alquileo sin convertir. A la vista de sus puntos de ebullición, es muy difícil separar los dialquilen- glicoles de los correspondientes carbonatos de alquileo. Esto no se ha reconocido en el proceso según el documento de Patente de los EE.UU. de número US-A 5.359.118. Por lo tanto el producto de cola contiene contaminantes que implican el riesgo de que se acumulen durante el reciclado en continuo.

Es un objeto de la presente invención superar este inconveniente.

En consecuencia, la presente invención proporciona un proceso para la preparación de un alcanodiol y un carbonato de dialquilo que comprende:

(a) hacer reaccionar un carbonato de alquileo y una alimentación de alcohol en una primera zona de reacción bajo condiciones de transesterificación para obtener una mezcla de productos de carbonato de dialquilo, alcohol sin convertir, el alcanodiol, carbonato de alquileo sin convertir y dímeros del alcanodiol;

(b) separar el carbonato de dialquilo y el alcohol de la mezcla de productos para obtener una corriente de cola de productos que contiene alcanodiol, carbonato de alquileo sin convertir y dímeros del alcanodiol;

(c) recuperar el carbonato de dialquilo; y

(d) separar el alcanodiol de la corriente de cola de productos para dejar una corriente de recirculación que comprende carbonato de alquileo sin convertir y dímeros del alcanodiol,

proceso que comprende además:

(e) hacer pasar al menos parte de la corriente de recirculación a una segunda zona de reacción en la que los dímeros del alcanodiol se convierten a oligómeros de alcanodiol de punto de ebullición más elevado, produciendo un efluente que contiene los oligómeros;

(f) separar los oligómeros de punto de ebullición más elevado del efluente que contiene los oligómeros produciendo una corriente restante que contiene el carbonato de alquileo; y

(g) reciclar la corriente restante que contiene el carbonato de alquileo a la primera zona de reacción.

La presente invención se basa en el hallazgo de que la separación de los subproductos de punto de ebullición más elevado de los carbonatos de alquileo se puede hacer fácilmente mediante la conversión de los dialquilen- glicoles a oligómeros del alcanodiol de punto de ebullición más elevado. Mediante la posterior fácil separación se evita la

acumulación de los dialquilen- glicoles. Mediante la recirculación del carbonato de alquileno restante, esta parte del carbonato de alquileno en la corriente de recirculación se somete de nuevo a la transesterificación, de modo que se puede convertir en el carbonato de dialquilo objetivo.

La figura representa un diagrama de flujos para el proceso según la presente invención.

5 La zona de reacción en la presente invención puede ser una zona de destilación reactiva, tal como se describe en el documento de Patente de los EE.UU. de número US-A 5.359.118. Esto implicaría que la reacción se lleva a cabo con flujo en contracorriente. La reacción de transesterificación se lleva a cabo ventajosamente en una columna equipada con partes internas, como una columna de destilación. Por lo tanto, ésta puede contener bandejas con campanas de burbujeo, bandejas de tamiz, o anillos Raschig. La persona experta se dará cuenta que son posibles
10 varios tipos de rellenos y de configuraciones de bandejas. Se han descrito columnas adecuadas en, por ejemplo, Ullmann's Encyclopedia of Industrial Chemistry, 5ª ed. Vol. B4, p 321 ff, 1992. El carbonato de alquileno se alimentará a la parte superior de dicha columna y fluirá hacia abajo. El carbonato de alquileno tendrá generalmente un punto de ebullición más elevado que el alcohol. En el caso de carbonato de propileno y de etileno los puntos de ebullición atmosféricos están por encima de 240 °C. El carbonato de alquileno fluirá hacia abajo sobre las bandejas
15 o los anillos y se pone en contacto con el alcohol que fluye hacia arriba.

En una realización preferente, la reacción se lleva a cabo de una manera con flujo en equi-corriente. Una forma adecuada de operar es llevar a cabo la reacción de un modo de flujo por goteo en donde los reactantes, parte en la fase vapor y parte en fase líquida, se hace gotear sobre un catalizador heterogéneo. Una forma más preferente de
20 operar el proceso de la presente invención es en un reactor sólo con líquidos. Una zona de reacción adecuada de este tipo es una zona de reacción de tipo tubular en donde la reacción se lleva a cabo de una manera de flujo pistón. Esto permitirá que la reacción evolucione hasta su verdadera finalización. Otra posibilidad es llevar a cabo la reacción en un reactor de tipo tanque continuamente agitado (CSTR, del inglés Continuously Stirred Tank Reactor). En el último caso, el efluente del CSTR se somete preferentemente a una post-reacción en un reactor de flujo pistón de modo que la reacción evolucione hasta su verdadera finalización.

25 El proceso de la presente invención incluye la transesterificación de un carbonato de alquileno con un alcohol. Se conoce esta reacción de transesterificación, como se desprende del documento de Patente de los EE.UU. de número US-A 5.359.118. Los materiales de partida de la transesterificación se seleccionan preferentemente de carbonato de alquileno de C₂-C₅ y alcoholes de C₁-C₄. Más preferentemente, los materiales de partida son carbonato de etileno o carbonato de propileno y metanol, etanol o isopropanol.

30 Condiciones de transesterificación incluyen adecuadamente la presencia de un catalizador. Catalizadores homogéneos adecuados se han descrito en el documento de Patente de los EE.UU. de número US-A 5.359.118 e incluyen hidruros, óxidos, alcoholatos, amidas, o sales de metales alcalinos, por ejemplo sodio, litio, potasio, rubidio y cesio. Los catalizadores preferentes son hidróxidos o alcoholatos de sodio o de potasio. Es ventajoso usar el alcoholato del alcohol que se va a usar como alimentación. Tal alcoholato se puede añadir como
35 tal o se puede formar in situ.

Otros catalizadores adecuados son las sales de metales alcalinos, tales como acetatos, propionatos, butiratos, o carbonatos. Otros catalizadores adecuados se describen en el documento de Patente de los EE.UU. de número US-A 5.359.118 y las referencias mencionadas en el mismo, tales como los documentos de Patente de números EP-A 274.953, US-A 3.803.201, EP-A 1082, y EP-A 180.387.

40 Como se indica en el documento de Patente de los EE.UU. de número US-A 5.359.118, también es posible emplear catalizadores heterogéneos. En el proceso actual se prefiere el uso de catalizadores heterogéneos en la reacción de transesterificación. Catalizadores heterogéneos adecuados incluyen resinas de intercambio iónico que contienen grupos funcionales. Grupos funcionales adecuados incluyen grupos de amina terciaria y grupos de amonio cuaternario, y también grupos de ácido sulfónico y de ácido carboxílico. Otros catalizadores adecuados incluyen
45 silicatos de metales alcalinos y alcalinotérreos. Catalizadores adecuados se han descrito en los documentos de Patente de los EE.UU. de números US-A 4.062.884 y US-A 4.691.041. Preferentemente, el catalizador heterogéneo se selecciona de resinas de intercambio iónico que comprenden una matriz de poliestireno y grupos funcionales de aminas terciarias. Un ejemplo es la Amberlyst A-21 (ex Rohm & Haas) que comprende una matriz de poliestireno a la que se han unido grupos de N,N-dimetilamina. En J. F. Knifton et al., J. Mol. Catal, 67 (1991) 389ff se describen
50 ocho clases de catalizadores de transesterificación, incluyendo las resinas de intercambio iónico con grupos de aminas terciarias y de amonio cuaternario,

Las condiciones de transesterificación son conocidas en la técnica e incluyen adecuadamente una temperatura de 40 a 200 °C, y una presión de 50 a 5.000 kPa (0,5 a 50 bar). Cuando el alcohol es metanol, la presión es preferentemente próxima a la atmosférica. La temperatura depende de la alimentación de alcohol y de la presión usadas, y del reactor usado. En el modo de flujo en contra-corriente la temperatura se mantiene de tal manera que está próxima a y por encima del punto de ebullición del alcohol, por ejemplo, hasta 5 °C por encima del punto de ebullición. En el caso de metanol y presión atmosférica, la temperatura está próxima a y por encima de 65 °C, por ejemplo entre 65 y 70 °C. En el caso de operación de flujo en equi-corriente el alcohol todavía puede ser líquido. En
55

operación de flujo en equi-corriente, la presión varía adecuadamente de 0,5 a 50 bar, preferentemente de 2 a 20 bar, y la temperatura de 40 a 200 °C, preferentemente de 80 a 160 °C.

5 Cuando el catalizador de transesterificación es homogéneo tal como un alcoholato de metal alcalino, y cuando se emplea una destilación reactiva, el catalizador homogéneo se puede introducir en la parte superior de la zona de reacción. La alimentación de alcohol se introduce entonces en un punto inferior. La alimentación puede ser completamente en forma de vapor. Sin embargo, también es posible introducir la alimentación en la columna en parte en la fase líquida. Se cree que la fase líquida permite una mayor concentración de alcohol en la parte inferior de la columna con un efecto beneficioso en la transesterificación en general. Se distribuye en todo el ancho de la columna a través de la entrada y de las partes internas de columna. La relación entre el vapor y la parte líquida de la alimentación de alcohol se puede variar entre amplios intervalos. La relación en peso de vapor/líquido es adecuadamente de 1:1 a 10:1 en peso/peso.

10 Cuando se usa un lecho de catalizador heterogéneo y cuando se emplea una destilación reactiva, el carbonato de alquileo se introduce adecuadamente por encima del lecho de catalizador y el alcohol se introduce adecuadamente por debajo del lecho de catalizador. Cuando se emplea un reactor que opera con flujo en equi-corriente los reactivos se pueden mezclar previamente o introducirlos por separado en el reactor aguas arriba del lecho de catalizador. La persona experta en la técnica sabrá que la transesterificación es una reacción de equilibrio. Por lo tanto, dicha persona empleará convenientemente un exceso de alcohol. La relación molar de alcohol a carbonato de alquileo es adecuadamente de 1,01:1 a 25:1, preferentemente de 2:1 a 15:1, más preferentemente de 3:1 a 7:1. La cantidad de catalizador puede, evidentemente, ser mucho más pequeña. En el caso del uso de un catalizador homogéneo cantidades adecuadas de tal catalizador incluyen de 0,1 a 5,0 % en peso basado en el carbonato de alquileo, preferentemente de 0,2 a 2 % en peso. La velocidad espacial horaria en peso puede variar adecuadamente de 0,1 a 100 kg/kg-hora

15 Desde la zona de reacción se extrae una mezcla de carbonato de dialquilo, alcohol sin convertir, alcanodiol, carbonato de alquileo sin convertir y dímero del alcanodiol. En el caso de un proceso con flujo en contra-corriente, tal como una destilación reactiva, se extrae una primera mezcla de carbonato de dialquilo y alcohol de la parte superior de la columna de destilación reactiva, y de la parte inferior se extrae una segunda mezcla que comprende carbonato de alquileo sin convertir, alcanodiol y dímero del alcanodiol. En caso de una operación con flujo en equi-corriente se obtiene una mezcla de productos que comprende los cinco compuestos anteriormente mencionados.

20 Cuando la transesterificación se lleva a cabo en una destilación reactiva el alcohol no convertido y el carbonato de dialquilo se separan juntos en la zona de destilación reactiva y se extraen por la parte superior de una columna de destilación reactiva. El carbonato de alquileo sin convertir y el alcanodiol se extraen de la columna de destilación reactiva por la parte inferior. En otras realizaciones los cuatro compuestos se extraen de forma simultánea. En una realización, el alcohol sin convertir y el carbonato de dialquilo se separan por destilación en una fracción. Las condiciones adecuadas de destilación son una presión de 0,1 a 1,0 bar y una temperatura de 200 a 40 °C. Esto consigue la separación de una fracción superior que comprende alcohol sin convertir y carbonato de dialquilo y una fracción de cola que comprende carbonato de alquileo sin convertir y alcanodiol. La fracción superior se somete preferentemente a otra destilación para separar el carbonato de dialquilo del alcohol no convertido. Dicha destilación se puede adecuadamente conseguir a presiones que varían desde una presión inferior a la atmosférica a una presión superior a la atmosférica. Adecuadamente, la presión puede variar de 0,1 a 45 bar. Las temperaturas pueden variar según la presión seleccionada. La temperatura puede ser de 35 a 300 °C. Más preferentemente, las condiciones en la destilación incluyen una presión que varía de 0,1 a 0,5 bar y una temperatura que varía de 35 hasta 150 °C. Cuando el carbonato de dialquilo y el alcohol forman un azeótropo puede ser beneficioso usar destilación extractiva, usando un agente de extracción para facilitar la separación entre el carbonato de dialquilo y el alcohol. El agente de extracción se puede seleccionar de muchos compuestos, en particular de alcoholes tales como fenol, o anisol. Sin embargo, se prefiere emplear un carbonato de alquileo como agente de extracción. Es lo más ventajoso para obtener la separación en presencia del carbonato de alquileo que se usa como material de partida para el eventual alcanodiol.

25 En otra realización, la corriente de producto se somete a una destilación de tal manera que principalmente el alcohol no convertido se separa como una fracción superior. Tal destilación se puede convenientemente llevar a cabo a una presión de 0,1 a 45 bar. Las temperaturas pueden variar según la presión seleccionada. La temperatura puede ser de 35 a 300 °C. Más preferentemente, la presión es de 0,5 a 1,5 bar y la temperatura varía de 60 a 200 °C. En una destilación adicional los compuestos restantes se pueden separar en carbonato de dialquilo como una fracción superior, y una fracción de cola que comprende alcanodiol y carbonato de alquileo no convertido. Las condiciones para esta destilación incluyen ventajosamente una presión de 0,1 a 0,5 bar y una temperatura de 60 a 190 °C.

30 El carbonato de dialquilo recuperado en las realizaciones se puede opcionalmente purificar de forma adicional. Esta purificación adicional puede comprender una etapa adicional de destilación o una etapa de intercambio iónico, tal como se describe en el documento de Patente de los EE.UU. de número US-A 5.455.368.

35 Tanto en las realizaciones con flujo en contra-corriente y como en las realizaciones con flujo en equi-corriente se obtiene un producto de cola que comprende alcanodiol, carbonato de alquileo sin convertir y dialquilen- glicol. Para separar el alcanodiol de esta corriente de cola, la corriente de cola se somete preferentemente a una etapa adicional

de destilación, adecuadamente a una presión de 0,01 a 0,4 bar y una temperatura de 200 a 100 °C. Esta destilación logra una separación del alcanodiol y una corriente de recirculación que comprende carbonato de alquileo sin convertir. La fracción de la parte superior en esta destilación que contiene alcanodiol recuperado puede comprender otros compuestos, tales como el carbonato de alquileo sin convertir dependiendo de la nitidez del corte de separación.

Al menos una parte de la corriente de recirculación se hace pasar a la segunda zona de reacción. Adecuadamente, la corriente de recirculación completa se alimenta a la segunda zona de reacción. Opcionalmente, la corriente se puede dividir en más porciones, purgándose del proceso las porciones adicionales. Se entenderá que en general la corriente de purga será tan pequeña como sea posible, y preferentemente, no usará corriente de purga en el proceso.

En la segunda zona de reacción el dímero del alcanodiol se convierte a oligómeros del alcanodiol de punto de ebullición elevado. Adecuadamente, esto se efectúa mediante la reacción del dímero con un óxido de alquileo o con un carbonato de alquileo. Cuando se usa un carbonato de alquileo, las condiciones de reacción y el catalizador se pueden seleccionar de aquellas que se usan en la primera zona de reacción. Las condiciones para la reacción del carbonato de alquileo con alcoholes son bien conocidas y se han descrito en documento de Patente de los EE.UU. de número US-A 2.448.767. Es posible emplear el mismo carbonato de alquileo que se usa en la primera zona de reacción. En tal caso, el carbonato de alquileo que está presente en la corriente de recirculación que comprende carbonato de alquileo sin convertir y dímeros del alcanodiol se puede emplear para esta reacción. Dependiendo del contenido de dímero del alcanodiol y de carbonato de alquileo en esta corriente de recirculación se puede añadir carbonato de alquileo adicional.

Adecuadamente, la relación molar de carbonato de alquileo u óxido de alquileo a dímero del alcanodiol es al menos 1:1. Las relaciones molares pueden ser mucho mayores y normalmente no hay límite superior. Puesto que la formación del dímero es limitada y la reacción del dímero con el carbonato de alquileo es rápida, generalmente existe un exceso de carbonato de alquileo. Una relación de exceso de más de 1.000:1 no es común.

Preferentemente, los oligómeros de alcanodiol de punto de ebullición elevado se preparan añadiendo un óxido de alquileo a la segunda zona de reacción. En este método es fácil de optimizar la relación molar entre los reactivos. Además, la reacción entre el dímero y el óxido de alquileo es rápida y evoluciona fácilmente a su finalización.

El óxido de alquileo en esta realización contiene preferentemente el mismo resto de alquileo que el del carbonato de alquileo. De esta forma se obtienen los oligómeros del mismo alcanodiol lo que permite que se puedan recuperar como productos útiles.

Las condiciones de reacción para la reacción del dímero del alcanodiol con un óxido de alquileo se conocen en la técnica. Las condiciones de reacción incluyen una temperatura de reacción en el intervalo de 70 a 250 °C, preferentemente de 90 a 180 °C, una presión en el intervalo de 0,5 a 15 bar, preferentemente de 1 a 6 bar. La reacción se lleva a cabo preferentemente en presencia de un catalizador alcalino. Catalizadores adecuados incluyen hidróxidos de metales alcalinos, en particular el hidróxido de potasio y el de sodio. El catalizador se añade preferentemente en una cantidad de 0,01 a 5 % en peso, basado en la cantidad del dímero, más preferentemente en una cantidad de 0,1 a 1 % en peso, basado en el peso del dímero.

La velocidad de reacción de la formación de los oligómeros es alta y la reacción se fuerza para proceder hasta su verdadera finalización. Sin embargo, el objetivo de la presente invención, es decir, la prevención de la acumulación del dímero del alcanodiol, se consigue, aún cuando la reacción no es completa. Esto proporcionará al experto en la técnica libertad para seleccionar las condiciones más viables.

Después de la formación de los oligómeros, el efluente resultante que contiene los oligómeros se somete a separación. Adecuadamente, el efluente se somete a destilación. En tal destilación el carbonato de alquileo presente en el efluente se puede extraer de la parte superior de la columna de destilación como la corriente restante que contiene el carbonato de alquileo, mientras que los oligómeros, junto con el catalizador alcalino se pueden extraer de la parte inferior de la columna. Los oligómeros y el catalizador se pueden eliminar o tratar para recuperar el oligómero como producto útil y/o recuperar el catalizador alcalino para su reutilización. Las condiciones de destilación se pueden seleccionar por una persona experta. Convenientemente, la destilación se lleva a cabo bajo vacío. La presión es preferentemente de 10 mbar a 1 bar. La temperatura en la destilación puede variar adecuadamente de 100 a 300 °C.

Dado que la corriente restante que contiene el carbonato de alquileo se recicla a la primera zona de reacción no se desperdicia carbonato de alquileo y todo el material de partida se convierte en los productos deseados.

El proceso de la presente invención se puede emplear para una variedad de alimentaciones. El proceso es muy adecuado para la preparación de etilenglicol (1,2-etanodiol), propilenglicol (1,2-propanodiol), carbonato de dimetilo y/o carbonato de dietilo y/o carbonato de diisopropilo. El proceso se usa lo más ventajosamente para la producción de etilenglicol o propilenglicol y carbonato de dietilo o carbonato de diisopropilo a partir de carbonato de etileno o carbonato de propileno y etanol o isopropanol. El dímero del alcanodiol se convierte convenientemente al trímero.

De este modo, la separación resulta fácil y la adición de material extra de partida tal como óxido de alquileo se puede mantener a un mínimo. Por lo tanto, los oligómeros que se producen son lo más preferentemente trietilenglicol y tripropilenglicol.

5 En la figura se muestra un diagrama de flujos para el proceso según la presente invención. Aunque el proceso se describirá para el etanol como un alcohol adecuado y para el carbonato de etileno como el carbonato de alquileo, la persona experta entenderá que se pueden usar de forma similar otros alcanoles y carbonatos de alquileo.

10 El etanol se hace pasar a través de una línea 1 al interior un reactor de 2. El reactor 2 puede ser adecuadamente un reactor de tipo tanque continuamente agitado. A través de una línea 3 también se alimenta un carbonato de etileno en el reactor 2. Un catalizador de transesterificación puede estar presente en el reactor o se puede alimentar de forma continua al reactor. El catalizador se puede mezclar con uno de los reactivos o alimentarse al reactor a través de una línea separada (no mostrada). Un producto que comprende una mezcla de carbonato de dietilo, etanol sin convertir, etilenglicol y carbonato de etileno no convertido se extrae del reactor 2 a través de una línea 4. A través de la línea 4 la mezcla se hace pasar a una columna de destilación 5 en donde el producto se separa en una fracción superior que comprende carbonato de dietilo y etanol que se extrae a través de una línea 6, y una fracción de cola que comprende etilenglicol y carbonato de etileno que se extrae a través de una línea 7. La mezcla que comprende carbonato de dietilo y etanol en la línea 6 se hace pasar a una columna de destilación 8, en donde se separa la mezcla en etanol y carbonato de dietilo. El carbonato de dietilo se descarga a través de una línea 9 y se recupera como producto, opcionalmente después de una purificación adicional. El etanol se recupera a través de una línea 10 y a través de la línea 1 que se recicla al reactor 2.

20 La corriente de cola en la línea 7 se somete a destilación en una columna de destilación 11. En la columna de destilación 11 se recupera a través de la línea 12 un producto de cabeza que comprende etilenglicol. Dado que el producto de cabeza puede estar ligeramente contaminado con algo de carbonato de etileno se puede considerar una purificación adicional. El producto de cola de la columna de destilación 11 extraído a través de la línea 13 comprende polietilenglicol, en particular dietilenglicol, y carbonato de etileno. A través de la línea 13 el producto de cola se hace pasar a un reactor 14, por el que también se hacen pasar al óxido de etileno a través de una línea 15, y al catalizador homogéneo a través de una línea 16. El reactor 14 se muestra aquí como un reactor de tipo tanque continuamente agitado. Sin embargo, también son también posibles otros reactores, tales como reactores de tipo tubular con un régimen de flujo pistón. El producto de reacción del reactor 14 se extrae a través de una línea 17 y se hace pasar a una columna de destilación 18. En la columna de destilación 18 se extrae un producto de cola a través de una línea 19, que comprende los oligómeros del etilenglicol, en particular trietilenglicol. La fracción de cabeza de la columna de destilación 18, extraída a través de una línea 20, comprende carbonato de etileno y se recicla al reactor 2.

REIVINDICACIONES

1. Proceso para la preparación de un alcanodiol y un carbonato de dialquilo que comprende:
 - (a) hacer reaccionar un carbonato de alquileno y una alimentación de alcohol en una primera zona de reacción bajo condiciones de transesterificación para obtener una mezcla de productos de carbonato de dialquilo, alcohol sin convertir, el alcanodiol, carbonato de alquileno sin convertir y dímeros del alcanodiol;
 - (b) separar el carbonato de dialquilo y el alcohol de la mezcla de productos para obtener una corriente de producto de cola que contiene alcanodiol, carbonato de alquileno sin convertir y dímeros del alcanodiol;
 - (c) recuperar el carbonato de dialquilo; y
 - (d) separar el alcanodiol de la corriente de producto de cola para dejar una corriente de recirculación que comprende carbonato de alquileno sin convertir y dímeros del alcanodiol,
 proceso que comprende además:
 - (e) hacer pasar al menos parte de la corriente de recirculación a una segunda zona de reacción en la que los dímeros del alcanodiol se convierten a oligómeros del alcanodiol de punto de ebullición elevado, produciendo un efluente que contiene oligómeros;
 - (f) separar los oligómeros de punto de ebullición elevado del efluente que contiene los oligómeros produciendo una corriente restante que contiene el carbonato de alquileno; y
 - (g) reciclar la corriente restante que contiene el carbonato de alquileno a la primera zona de reacción.
2. Proceso según la reivindicación 1, en donde la reacción en la primera zona de reacción se lleva a cabo de una manera con flujo en equi-corriente.
3. Proceso según la reivindicación 3, en donde la reacción se lleva a cabo de una manera con flujo pistón.
4. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde se usa un catalizador heterogéneo en la reacción de transesterificación.
5. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde la temperatura en la primera zona de reacción es de 40 a 200 °C, y la presión de 0,5 a 50 bar.
6. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde el alcohol sin convertir y el carbonato de dialquilo se separan por destilación en una fracción.
7. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde la corriente de cola de productos se somete a una destilación adicional para lograr una separación del alcanodiol y una corriente de recirculación que comprende carbonato de alquileno sin convertir y los dímeros del alcanodiol.
8. Proceso según la reivindicación 7, en donde el alcanodiol separado se obtiene en una corriente que comprende además carbonato de alquileno sin convertir.
9. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde los dímeros del alcanodiol se convierten a oligómeros del alcanodiol de punto de ebullición elevado con un carbonato de alquileno.
10. Proceso según la reivindicación 9, en donde los dímeros del alcanodiol se convierten bajo condiciones de transesterificación como en la primera zona de reacción.
11. Proceso según la reivindicación 9, en donde los dímeros del alcanodiol se convierten a oligómeros del alcanodiol de punto de ebullición elevado con un óxido de alquileno.
12. Proceso según la reivindicación 11, en donde los dímeros se convierten en presencia de un catalizador alcalino.
13. Proceso según la reivindicación 11 ó 12, en donde las condiciones de reacción en la segunda zona de reacción incluyen una presión que varía de 0,5 a 15 bar, preferentemente de 1 a 6 bar, y una temperatura que varía de 70 a 250 °C, preferentemente de 90 a 180 °C.
14. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 9 a 11, en donde la relación molar entre el carbonato de alquileno o el óxido de alquileno y el dímero del alcanodiol varía de 1:1 a 1.000:1.
15. Proceso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en donde el carbonato de alquileno es carbonato de etileno o carbonato de propileno y el alcohol es etanol o isopropanol.

