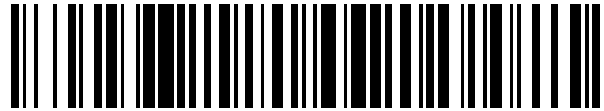


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 417 812**

51 Int. Cl.:

C07C 11/04 (2006.01)

C07C 7/11 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **10.08.2010 E 10744716 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **15.05.2013 EP 2464615**

54 Título: **Procedimiento para el tratamiento de etileno**

30 Prioridad:

12.08.2009 EP 09251984

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

09.08.2013

73 Titular/es:

**BP P.L.C. (100.0%)
1 St. James's Square
London SW1Y 4PD, GB**

72 Inventor/es:

**BOLTON, LESLIE WILLIAM;
GRACEY, BENJAMIN PATRICK y
LEE, MICHAEL KEITH**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 417 812 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

Procedimiento para el tratamiento de etileno

La presente invención se refiere a un procedimiento para retirar agua de una corriente de etileno que comprende agua.

- 5 Más particularmente, la presente invención se refiere a un procedimiento para retirar agua de una corriente de etileno que comprende agua utilizando una corriente de éter dietílico líquida.

10 El etileno y otros alquenos (también denominados comúnmente olefinas) son productos químicos básicos importantes y son materiales de partida útiles para numerosos productos químicos, incluyendo productos poliméricos, tales como polietileno. Tradicionalmente, los alquenos, tales como etileno, se han producido mediante craqueo al vapor de agua o catalítico de hidrocarburos derivados de crudo de petróleo. Sin embargo, como el crudo de petróleo es un recurso limitado, existe un interés en encontrar métodos económicamente viables alternativos para producir alquenos, en particular etileno, que puedan utilizar materias primas no derivadas de crudo de petróleo.

15 En los últimos años la búsqueda de materiales alternativos para la producción de alquenos ha conducido a la producción de alquenos mediante la deshidratación de alcoholes, tales como metanol y etanol, que se pueden producir mediante la fermentación de, por ejemplo, azúcares, almidones y/o materiales celulósicos, o alternativamente se pueden producir a partir de gas de síntesis.

Ejemplos de procedimientos para la preparación de alquenos a partir de alcoholes incluyen:

20 US 5.817.906 divulga un procedimiento para producir una olefina u olefinas ligeras a partir de una materia prima bruta de oxigenado que comprende alcohol y agua. El procedimiento emplea dos etapas de reacción. En primer lugar, el alcohol se convierte, utilizando reacción con destilación, en un éter. Posteriormente, el éter se hace pasar a una zona de conversión del oxigenado que contiene un catalizador de aluminosilicato metálico para producir una corriente de olefinas ligeras.

25 EP 1792885 divulga un procedimiento para la producción de etileno a partir de una materia prima que comprende etanol. Se divulga que los catalizadores basados en heteropoliácidos son adecuados para la deshidratación de la materia prima de etanol.

WO 2008/138775 A1 divulga un procedimiento para la deshidratación de uno o más alcoholes, procedimiento que comprende poner en contacto uno o más alcoholes en presencia de uno o más éteres con un catalizador de heteropoliácido soportado.

30 Antes de que el etileno se utilice en aplicaciones industriales posteriores, p. ej. la polimerización de etileno, la corriente de etileno se somete típicamente a un procedimiento de purificación. Una impureza principal que típicamente se requiere que se retire de una corriente de etileno es el agua, que se forma como un subproducto en la deshidratación de alcoholes. Por ejemplo, solo se considera como aceptable un contenido muy pequeño de agua, típicamente del orden de concentraciones de pocos ppm, en una alimentación de alqueno, en particular una alimentación de etileno, para la utilización en la preparación de polímeros mediante polimerización catalítica; esto se debe a que el agua puede actuar como un veneno de catalizador en el procedimiento de polimerización. También existen otras razones por las que es deseable retirar el agua de corrientes de alqueno, en particular etileno. Por ejemplo, se puede utilizar una corriente de etileno en un equipo posterior que se puede hacer funcionar a temperaturas muy bajas, p. ej. purificación adicional de etileno mediante destilación a, por ejemplo, -28°C; a tales temperaturas bajas, cualquier agua presente se puede congelar y podría dar lugar a dificultades de funcionamiento.

40 Se han descritos diferentes métodos en la técnica anterior para la retirada de agua del etileno. La utilización de tamices moleculares es un método conocido para retirar agua (p. ej. SRI Consulting (Menlo Park, California 94025), Consulting Report PEP235, Process Economics Report 235, Chemicals from Ethanol, noviembre 2007, describe que el etileno se puede secar utilizando un desecante adecuado tal como un tamiz molecular Tipo 3A); sin embargo, este método parece estar sometido a varias limitaciones y/o problemas potenciales, tales como:

- 45
- es una operación semicontinua,
 - el etileno puede polimerizarse sobre el material del tamiz molecular,
 - es muy difícil controlar el método para alcanzar los bajos niveles de contenido de agua deseados,
 - otros componentes orgánicos pueden ser atrapados simultáneamente sobre el material del tamiz molecular, y

bien perderse en la regeneración o bien necesitar costosos métodos de recuperación adicionales, y

- el método de separación con tamices moleculares puede provocar una caída de presión significativa que podría incrementar el tamaño de un compresor de etileno posterior, si se requiere uno antes de que el etileno se pueda someter al procesamiento posterior adicional y/o la utilización.

5 Así, existe una necesidad de métodos alternativos para la retirada de agua de una corriente de etileno.

Se ha observado que las composiciones de producto brutas producidas deshidratando alcoholes para producir alquenos también pueden contener cantidades significativas de éteres así como agua como subproducto. Por ejemplo, el producto de etileno bruto producido a partir de la deshidratación de etanol típicamente comprenderá éter dietílico así como el etileno y agua; dependiendo del procedimiento de deshidratación utilizado, el producto de etileno bruto puede consistir esencialmente en etileno, éter dietílico y agua.

Se ha encontrado inesperadamente que es posible utilizar éter dietílico para reducir la concentración de agua de una corriente de etileno que comprende agua.

Así, la presente invención proporciona un procedimiento para retirar agua de una corriente de etileno que comprende agua, comprendiendo dicho procedimiento:

- 15 - introducir una corriente de etileno que comprende agua en, y hacer circular dicha corriente de etileno a través de, un recipiente de separación;
- introducir una corriente de éter dietílico líquida en, y hacer circular dicha corriente de éter dietílico líquida a través de, el recipiente de separación, de modo que se pongan en contacto dicha corriente de éter dietílico líquida y dicha corriente de etileno que comprende agua;
- 20 - recuperar del recipiente de separación una corriente de etileno que tiene un contenido de agua reducido; y opcionalmente
- recuperar del recipiente de separación una corriente de éter dietílico líquida que tiene un contenido de agua incrementado.

Beneficiosamente, el procedimiento para retirar agua de una corriente de etileno que comprende agua proporcionado por la presente invención se puede utilizar de un modo continuo.

Por lo tanto, en una realización preferida del procedimiento de la presente invención se proporciona un procedimiento continuo para retirar agua de una corriente de etileno que comprende agua, comprendiendo dicho procedimiento:

- 30 - introducir una corriente de etileno que comprende agua en, y hacer circular dicha corriente de etileno a través de, un recipiente de separación;
- introducir una corriente de éter dietílico líquida en, y hacer circular dicha corriente de éter dietílico líquida a través del recipiente de separación, de modo que se pongan en contacto dicha corriente de éter dietílico líquida y dicha corriente de etileno que comprende agua;
- recuperar recipiente de separación una corriente de etileno que tiene un contenido de agua reducido; y
- 35 - recuperar recipiente de separación una corriente de éter dietílico líquida que tiene un contenido de agua incrementado.

La Figura 1 representa un procedimiento para retirar agua de una corriente de etileno que comprende agua, utilizando una corriente de éter dietílico líquida que se obtiene externamente, en una columna de destilación que emplea platos perforados.

40 Por los términos "retirar agua de la corriente de etileno", "retirando agua de la corriente de etileno" y similares se entiende que al menos parte del agua presente en la corriente de etileno que comprende agua se ha retirado, es decir, se reduce la concentración de agua en la corriente de etileno.

Aunque sin querer limitarse por una teoría, se cree que en el procedimiento de la presente invención, una corriente de etileno que comprende agua se pone en contacto con una corriente de éter dietílico líquida y al menos una porción del agua presente en dicha corriente de etileno se retira mediante la corriente de éter dietílico líquida por

absorción para dar una corriente de etileno que tiene un contenido de agua reducido y una corriente de éter dietílico que tiene un contenido de agua incrementado.

5 El procedimiento para retirar agua de una corriente de etileno que comprende agua proporcionado por la presente invención también se puede denominar en la presente memoria el procedimiento de depuración. El recipiente de separación en el que se realiza el procedimiento para retirar agua de la corriente de etileno que comprende agua proporcionado por la presente invención también se puede denominar en la presente memoria el depurador.

10 En el procedimiento de la presente invención, la corriente de éter dietílico líquida se utiliza para retirar agua de la corriente de etileno que comprende agua para producir una corriente de etileno que tiene un contenido de agua reducido y una corriente de éter dietílico líquida que tiene un contenido de agua incrementado, es decir la corriente de éter dietílico líquida que comprende adicionalmente el agua que se ha retirado de dicha corriente de etileno. La corriente de éter dietílico líquida empleada en el procedimiento de la presente invención también se puede denominar en la presente memoria la alimentación de depuración.

15 La "corriente de etileno que comprende agua" que se somete al procedimiento de la presente invención también se puede denominar en la presente memoria la "corriente de etileno bruta". Preferiblemente, dicha corriente de etileno bruta comprende al menos 60% en peso de etileno, más preferiblemente al menos 70% en peso de etileno y más preferiblemente al menos 75% en peso de etileno, basado en el peso total de la corriente de etileno bruta.

20 La cantidad de agua presente en la corriente de etileno bruta antes de la introducción en el depurador es típicamente menor de 1,0% en peso, basado en el peso total de la corriente de etileno bruta; preferiblemente, la cantidad de agua presente en la corriente de etileno bruta antes de la introducción en el depurador está en el intervalo de 0,05 a 0,5% en peso, basado en el peso total de la corriente de etileno bruta.

Dependiendo de la fuente de la corriente de etileno bruta, la corriente de etileno bruta también puede contener éter dietílico además de etileno y agua.

25 Ventajosamente, se ha encontrado que es posible utilizar éter dietílico que puede estar ya presente en la corriente de etileno que comprende agua como al menos parte de, preferiblemente la totalidad de, la fuente de la corriente de éter dietílico líquida utilizada para reducir la concentración de agua en la corriente de etileno bruta en el procedimiento de la presente invención.

Por lo tanto, en una realización de la presente invención, la corriente de etileno que comprende agua que se somete al procedimiento de la presente invención (es decir la corriente de etileno bruta) es una corriente de etileno que comprende agua y éter dietílico.

30 Según una realización preferida del procedimiento de la presente invención, antes de la introducción en el depurador, la corriente de etileno bruta comprende suficiente éter dietílico para depurar el agua presente en dicha corriente de etileno. En esta realización del procedimiento de la presente invención, la corriente de etileno bruta comprende preferiblemente al menos 2% en peso de éter dietílico basado en el peso total de la corriente de etileno bruta, más preferiblemente al menos 10% en peso de éter dietílico, y lo más preferiblemente al menos 15% en peso de éter dietílico.

40 Según una realización preferida del procedimiento de la presente invención, antes de la introducción en el depurador, la cantidad total de etileno, agua y éter dietílico en la corriente de etileno bruta es al menos 95% en peso, más preferiblemente al menos 98% en peso, del peso total de la corriente de etileno bruta. En una realización específica de la presente invención, la cantidad total de etileno, agua y éter dietílico en la corriente de etileno bruta es 100% en peso del peso total de la corriente de etileno bruta.

45 Compuestos distintos de etileno, agua y éter dietílico, por ejemplo otros oxigenados y/o alcanos, también se pueden tolerar en la corriente de etileno bruta; por ejemplo acetaldehído y/o etanol y/o éter dimetílico y/o etano también pueden estar comúnmente presentes en la corriente de etileno bruta. Típicamente, tales otros compuestos que pueden estar presentes en la corriente de etileno bruta estarán presentes solo en pequeñas cantidades; preferiblemente, la cantidad de compuestos distintos de etileno, agua y éter dietílico presentes en la corriente de etileno bruta será como mucho 5,0% en peso basado en el peso total de la corriente de etileno bruta, más preferiblemente como mucho 2,5% en peso basado en el peso total de la corriente de etileno bruta, y aún más preferiblemente como mucho 1,0% en peso basado en el peso total de la corriente de etileno bruta.

50 La corriente de etileno que comprende agua que se ha de someter al procedimiento de la presente invención (es decir la corriente de etileno bruta) está típicamente en estado gaseoso antes de la introducción en el depurador. Preferiblemente, la temperatura y la presión de la corriente de etileno bruta antes de la introducción en el depurador son tales que el agua presente en dicha corriente de etileno bruta no se congele; más preferiblemente, la temperatura es al menos 5°C superior que el mayor del punto de congelación del líquido y el punto de sublimación

inverso del vapor del agua presentes a la presión y la composición respectivas de la corriente de etileno bruta.

5 La presión preferida de la corriente de etileno bruta antes de la introducción en el depurador es al menos 0,5 MPa, más preferiblemente al menos 1 MPa y aún más preferiblemente al menos 1,5 MPa; lo más preferiblemente, la presión de la corriente de etileno bruta antes de la introducción en el depurador está en el intervalo de 1,5 MPa a 3 MPa.

La temperatura preferida de la corriente de etileno bruta antes de la introducción en el depurador es al menos 0°C, más preferiblemente al menos 10°C y aún más preferiblemente al menos 15°C; lo más preferiblemente, la temperatura de la corriente de etileno bruta antes de la introducción en el depurador está en el intervalo de 20 a 50°C.

10 La corriente de éter dietílico líquida que se introduce en el recipiente de separación se puede introducir en el recipiente de separación en una corriente líquida que está separada de la corriente de etileno bruta y/o se puede formar dentro del recipiente de separación. Si la corriente de éter dietílico líquida se forma dentro del recipiente de separación, entonces el éter dietílico se puede introducir en el recipiente de separación dentro de la corriente de etileno bruta o se puede introducir en el recipiente de separación en forma gaseosa independientemente de dicha corriente de etileno bruta.

15 En la realización de la presente invención en la que la corriente de etileno bruta contiene éter dietílico, al menos una porción de dicho éter dietílico se puede utilizar convenientemente como una fuente de éter dietílico para la corriente de éter dietílico líquida. En esta realización, al menos una porción del éter dietílico presente en la corriente de etileno bruta se condensa para formar al menos parte de la corriente de éter dietílico líquida. Además del éter dietílico procedente de la corriente de etileno bruta, se puede introducir éter dietílico adicional en el recipiente de separación para complementar el éter dietílico procedente de la corriente de etileno bruta para formar la corriente de éter dietílico líquida; dicho éter dietílico adicional se proporciona lo más convenientemente como una corriente de éter dietílico líquida que se introduce en el recipiente de separación desde un suministro externo.

20 Además del éter dietílico, la corriente de éter dietílico líquida también puede contener otros compuestos. Preferiblemente, la corriente de éter dietílico líquida comprenderá al menos 40% en peso de éter dietílico, más preferiblemente al menos 50% en peso de éter dietílico, aún más preferiblemente al menos 60% en peso de éter dietílico, basado en el peso total de la corriente de éter dietílico líquida.

25 En una realización preferida del procedimiento de la presente invención, la corriente de éter dietílico líquida también contiene un disolvente que se utiliza para suprimir la temperatura de formación de hidratos de componentes que están, o pueden estar, presentes en la corriente de etileno bruta (p. ej. hidrato de etileno). Ejemplos de disolventes que se pueden utilizar para suprimir la formación de hidratos de componentes presentes en la corriente de etileno bruta incluyen etanol, metanol, etilenglicol, dietilenglicol, trietilenglicol, propilenglicol y glicerol. Por lo tanto, en una realización particularmente preferida del procedimiento de la presente invención, la corriente de éter dietílico líquida es una corriente de éter dietílico líquida que comprende uno o más disolventes seleccionados de etanol, metanol y etilenglicol.

30 En la realización anterior, dichos disolvente o disolventes que se pueden utilizar para suprimir la formación de hidratos de componentes presentes en la corriente de etileno bruta pueden estar presentes en la corriente de éter dietílico líquida antes de la introducción en el recipiente de separación o se pueden introducir en el recipiente de separación independientemente de la fuente de éter dietílico y combinarse con el éter dietílico dentro del recipiente de separación para formar la corriente de éter dietílico líquida.

35 En la realización en la que la corriente de éter dietílico líquida comprende un disolvente que se puede utilizar para suprimir la formación de hidratos de componentes presentes en la corriente de etileno bruta, dicho disolvente está presente preferiblemente en una cantidad eficaz, es decir una cantidad suficiente para suprimir la formación de hidratos de componentes presentes en la corriente de etileno bruta bajo las condiciones dentro del recipiente de separación. Típicamente, la cantidad de dicho disolvente en la corriente de éter dietílico líquida es hasta 60% en peso basado en el peso total de la corriente de éter dietílico líquida, más preferiblemente hasta 40% en peso basado en el peso total de la corriente de éter dietílico líquida, aún más preferiblemente en el intervalo de 1% en peso a 25% en peso basado en el peso total de la corriente de éter dietílico líquida.

40 En el procedimiento de la presente invención, la corriente de etileno que comprende agua y la corriente de éter dietílico líquida se introducen en, y se hacen circular a través de, un recipiente de separación de modo que se pongan en contacto dicha corriente de éter dietílico líquida y dicha corriente de etileno que comprende agua.

El procedimiento de la presente invención se puede realizar en cualquier recipiente adecuado para poner en contacto una fase líquida con una fase gaseosa y para realizar una separación de fases. Tales recipientes de separación pueden ser de una o varias etapas, e incluyen, pero no se limitan a: recipientes de vaporización

instantánea; y recipientes de destilación; tales como columnas de destilación que emplean platos perforados, platos de válvula, relleno estructurado o relleno aleatorio. Preferiblemente, el procedimiento de la presente invención se realiza en una columna de destilación de varias etapas; más preferiblemente el procedimiento de la presente invención se realiza en un recipiente de separación seleccionado de: una columna de destilación de varias etapas que emplea platos perforados; una columna de destilación de varias etapas que emplea platos de válvula; una columna de destilación de varias etapas que emplea relleno estructurado; y una columna de destilación de etapas etapas que emplea relleno aleatorio.

Si el recipiente de separación utilizado en el procedimiento de la presente invención es un recipiente de varias etapas, el número de etapas de separación ideales en el recipiente de separación es al menos 2, preferiblemente al menos 3; más preferiblemente, el número de etapas de separación ideales en el recipiente de separación está en el intervalo de 2 a 1.000, más preferiblemente en el intervalo de 2 a 500, aún más preferiblemente en el intervalo de 3 a 500 y lo más preferiblemente en el intervalo de 3 a 400.

Aunque sin querer limitarse por esta teoría, se cree que es preferible realizar el procedimiento de la presente invención en un recipiente de destilación de varias etapas que contiene platos en vez de relleno, ya que el funcionamiento a baja temperatura de un recipiente de separación en el procedimiento de la presente invención puede dar lugar a un líquido con una tensión superficial suficientemente alta para reducir potencialmente la eficacia de separación del relleno estructurado o aleatorio. Por lo tanto, en una realización particularmente preferida, el recipiente de separación utilizado en el procedimiento de la presente invención es una columna de destilación de varias etapas que emplea platos perforados o una columna de destilación de varias etapas que emplea platos de válvula.

En una realización particular de la presente invención, se puede proporcionar reflujo al recipiente de separación; es decir mediante la condensación parcial del vapor superior del recipiente de separación. Los medios para proporcionar el reflujo al recipiente de separación pueden ser un dispositivo de transferencia de calor externo conectado al recipiente de separación o pueden ser un dispositivo de transferencia de calor situado dentro del recipiente de separación real. Se puede utilizar cualquier dispositivo de transferencia de calor adecuado para proporcionar reflujo al recipiente de separación, incluyendo, pero no limitados a, los siguientes tipos de cambiador de calor: envuelta y tubo, incluyendo cualquier medio para extender la superficie de transferencia de calor del tubo; tubo doble; haces de tubos de aletas/ventilador; compacto de placas y marcos de fabricación con juntas estancas o soldada; circuito impreso; arrollamiento helicoidal, película descendente o disco giratorio.

El enfriamiento en el dispositivo de transferencia de calor preferiblemente se puede efectuar mediante transferencia de calor indirecta con un refrigerante, ejemplos del cual incluyen, pero no se limitan a: solución de etileno- y/o propilenglicol; propileno; etileno; y fluidos orgánicos de sílice. Adicionalmente o alternativamente, el enfriamiento en el dispositivo de transferencia de calor se puede efectuar mediante transferencia de calor directa, por ejemplo con una olefina.

Cuando se proporciona reflujo al recipiente de separación, la corriente de éter dietílico líquida convenientemente se puede introducir en el recipiente de separación a través del reflujo, es decir a través de la condensación de cualquier éter dietílico que pueda estar presente en la fase gaseosa dentro del recipiente de separación. Por ejemplo, la corriente de éter dietílico líquida se puede introducir en el recipiente de separación a través del reflujo proporcionado al recipiente de separación mediante la condensación de éter dietílico presente en la corriente de etileno bruta.

El reflujo se puede aumentar con o reemplazar por una corriente líquida que contiene el éter dietílico; aunque la fuente del éter dietílico no está limitada, dicho éter dietílico se puede obtener convenientemente de la separación adicional del efluente gaseoso y/o líquido procedente del recipiente de separación. Tal corriente también o alternativamente se puede introducir en cualquier parte de la columna.

Preferiblemente, el recipiente de separación en el que se realiza el procedimiento de la presente invención es un recipiente de separación que comprende al menos una entrada y al menos dos salidas. En el procedimiento de la presente invención, la corriente de etileno bruta se introduce en el recipiente de separación a través de al menos una entrada, una corriente de etileno que tiene un contenido de agua reducido se recupera a través de al menos una salida, y la corriente de éter dietílico líquida que se ha hecho circular a través del recipiente de separación se recupera a través de al menos una salida que es diferente de la salida a través de la cual se recupera la corriente de etileno que tiene un contenido de agua reducido. La corriente de éter dietílico líquida que se introduce en el recipiente de separación se puede formar dentro del propio recipiente de separación, se puede introducir en el recipiente de separación a través de al menos una entrada adicional o se puede introducir en el recipiente de separación a través de la salida desde la que se recupera la corriente de etileno que tiene un contenido de agua reducido.

Así, en una realización particular del procedimiento de la presente invención, el recipiente de separación comprende al menos dos entradas y al menos dos salidas. En tal realización, la corriente de etileno bruta se puede introducir a

través de al menos una entrada, una corriente de éter dietílico líquida se puede introducir a través de al menos una entrada que es diferente de la entrada a través de la cual se introduce el etileno bruto, una corriente de etileno que tiene un contenido de agua reducido se recupera a través de al menos una salida, y la corriente de éter dietílico líquida que se ha hecho circular a través del recipiente de separación se recupera a través de al menos una salida que es diferente de la salida a través de la cual se recupera la corriente de etileno que tiene un contenido de agua reducido.

En la realización en la que se introduce un disolvente que se puede utilizar para suprimir la formación de hidratos de componentes presentes en la corriente de etileno bruta, el disolvente que se puede utilizar para suprimir la formación de hidratos de componentes presentes en la corriente de etileno bruta se puede introducir a través de la misma entrada que la corriente de éter dietílico líquida (o la entrada a través de la cual se introduce el etileno bruto si la corriente de éter dietílico líquida se forma dentro del recipiente de separación), o a través de al menos una entrada adicional.

En el procedimiento de la presente invención, la corriente de etileno bruta y la corriente de éter dietílico líquida se hacen circular ambas, independientemente, a través del recipiente de separación. Por hacer circular a través del recipiente, se entiende que la corriente pertinente se introduce (incluyendo la introducción mediante formación/condensación) en una parte del recipiente de separación (p. ej. una entrada y/o un condensador), dicha corriente se transporta a continuación a través del recipiente hasta una salida en la que se retira del recipiente de separación.

Preferiblemente, en el procedimiento de la presente invención, la corriente de éter dietílico líquida se hace circular en una dirección en contracorriente a la corriente de etileno bruta. Por hacer circular en una dirección en contracorriente, se entiende que la dirección general de flujo de cada una de las dos corrientes, la corriente de etileno bruta y la corriente de éter dietílico líquida, está en direcciones opuestas, p. ej. teniendo una corriente una dirección de flujo ascendente y teniendo la otra corriente una dirección de flujo descendente global.

Convenientemente, el recipiente de separación utilizado en el procedimiento de la presente invención puede estar configurado de modo que la corriente de etileno bruta pueda entrar en el recipiente de separación a través de una entrada situada en la mitad inferior del recipiente de separación, dicha corriente de etileno bruta pasará a continuación a través del recipiente de separación en una dirección ascendente y la corriente de etileno que tiene una concentración de agua reducida se retira del recipiente de separación a través de una salida situada en la mitad superior del recipiente de separación. En tal configuración, la corriente de éter dietílico líquida se introduciría en el recipiente en la mitad superior del recipiente de separación, bien a través de una entrada o bien a través de la formación de la corriente de éter dietílico líquida mediante condensación dentro del recipiente de separación, la corriente de éter dietílico líquida pasará a continuación a través del recipiente en una dirección descendente y dicha corriente de éter dietílico líquida se retira a través de una salida situada en la parte inferior del recipiente de separación.

Una realización específica de la invención se describe posteriormente con referencia a la figura anexa y la descripción adjunta no pretenden restringir el alcance de la invención a la realización específica descrita en la presente memoria.

La Figura 1 representa una posible realización del procedimiento de la presente invención. En la Figura 1, una corriente de etileno que comprende agua (101) entra en una columna de destilación (102) a través de una entrada cerca del fondo de la columna y asciende a través de la columna. A través de una entrada cerca del techo de la columna, una corriente de éter dietílico líquida (103) entra en la columna de destilación y desciende a través de la columna en una dirección en contracorriente a la corriente de etileno. Dentro de la columna de destilación se dispone un número de platos perforados (104), la corriente de etileno pasa en una dirección ascendente a través de los orificios de dichos platos perforados y la corriente de éter dietílico líquida fluye en una dirección descendente a través de las "bajantes". Desde una salida en el techo de la columna de destilación, se recupera una corriente de etileno que tiene un contenido de agua reducido (105); y, desde una salida en el fondo de la columna de destilación, se retira una corriente de éter dietílico líquida que tiene un contenido de agua incrementado (106).

Ejemplo

Se utilizó en el siguiente procedimiento una columna de destilación, de aproximadamente 2.650 mm de altura y 55 mm de diámetro interno, que contiene 11 etapas de platos perforados de PTFE separadas por bajantes de vidrio de 90 mm de longitud, 9 mm de diámetro externo y aproximadamente 7 mm de diámetro interno.

Una corriente de alimentación bruta de etileno que comprendía etileno saturado con éter dietílico, agua y etanol se comprimió y se introdujo en la columna de destilación por debajo de la etapa inferior. La composición de la corriente de etileno bruta era aproximadamente 89,40% en moles de etileno, 8,65% en moles de éter dietílico, 0,57% en moles de agua y 1,38% en moles de etanol.

ES 2 417 812 T3

Una corriente de vapor se retiró del techo de la columna de destilación, desde la que se alimentaba a un condensador parcial. El condensador parcial proporcionaba un área de transferencia de calor de aproximadamente 34.850 mm², para enfriar el contenido del procedimiento hasta una temperatura de salida de aproximadamente -10°C frente a un refrigerante con una temperatura de entrada de aproximadamente -40°C.

- 5 La corriente enfriada procedente del condensador parcial se hizo pasar a un recipiente de presión, de 2,4 litros de volumen, que proporcionaba un tiempo de permanencia suficiente para que una fase líquida se separara de una fase gaseosa. La fase líquida se retiraba continuamente del recipiente de presión y se alimentaba de nuevo a la etapa superior de la columna de destilación como una corriente de reflujo. Se inyectaba continuamente etanol a la corriente de reflujo.
- 10 Una corriente de etileno que tenía un contenido de agua reducido ("etileno secado") se retiró del recipiente de presión como la fase gaseosa (corriente de "Cabeza") y una corriente líquida se retiró de la base de la columna de destilación (corriente de "Base").

- 15 El contenido de agua del etileno secado retirado del recipiente de presión se midió utilizando un medidor del punto de rocío (transmisor del punto de rocío AMT, fabricado por Alpha Moisture Systems, RU). Las lecturas del punto de rocío procedentes del analizador se convirtieron en contenido de agua prediciendo la presión parcial del agua a la temperatura del punto de rocío (utilizando el modelo de la presión de vapor del agua pura que esta disponible en la publicación patrocinada 2.3.0 de la base de datos DIPPR).

Las condiciones y los resultados del procedimiento descrito anteriormente se proporcionan en las Tablas 1, 2 y 3 posteriormente. Los resultados se recogieron a lo largo de un período de 123,5 horas de funcionamiento continuo.

20

Tabla 1

	Caudales				Temperaturas		Presión
	Alimentación a la Columna (kg/h)	Base (kg/h)	Cabeza (kg/h)	Inyección de Etanol (g/h)	Alimentación a la Columna (°C)	Condensador Parcial (°C)	Columna (bar m)
Media	3,34	1,31	2,03	62,32	42,53	-9,96	19,43
Desviación Estándar	0,15	0,05	0,16	0,43	0,69	0,36	0,19

Tabla 2

	Condiciones de Alimentación		
	Temperatura saturada (°C)	Presión saturada (bar m)	Contenido de Agua de la Alimentación Calculado (mmol/kmol)
Media	45,0	15,8	5.712
Desviación Estándar	0,02	0,002	n/a

Tabla 3

	Análisis de los Vapores de Cabeza	
	Punto de Rocío Medido de la Corriente de Etileno Secada (°C)	Contenido de Agua Calculado de la Corriente de Etileno Secada (mmol/kmol)
Media	-61,22	0,5
Desviación Estándar	0,92	n/a

REIVINDICACIONES

1. Un procedimiento para retirar agua de una corriente de etileno que comprende agua, comprendiendo dicho procedimiento:
- 5
- introducir una corriente de etileno que comprende agua en, y hacer circular dicha corriente de etileno a través de, un recipiente de separación;
 - introducir una corriente de éter dietílico líquida en, y hacer circular dicha corriente de éter dietílico líquida a través de, el recipiente de separación, de modo que se pongan en contacto dicha corriente de éter dietílico líquida y dicha corriente de etileno que comprende agua;
 - 10 - recuperar del recipiente de separación una corriente de etileno que tiene un contenido de agua reducido; y opcionalmente
 - recuperar del recipiente de separación una corriente de éter dietílico líquida que tiene un contenido de agua incrementado.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, en donde el procedimiento se hace funcionar de modo continuo.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en el que la corriente de etileno que comprende agua comprende al menos 60% en peso de etileno basado en la cantidad total de la corriente de etileno que comprende agua.
- 15
4. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la cantidad de agua presente en la corriente de etileno que comprende agua es menor de 1,0% en peso basado en el peso total de la corriente de etileno que comprende agua.
- 20
5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que la presión de la corriente de etileno que comprende agua antes de la introducción en el recipiente de separación es al menos 0,5 MPa.
6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que la temperatura de la corriente de etileno que comprende agua antes de la introducción en el recipiente de separación es al menos 5°C superior que el mayor del punto de congelación del líquido y el punto de sublimación inverso del vapor del agua presentes a la presión y la composición respectivas de la corriente de etileno bruta.
- 25
7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en el que la temperatura de la corriente de etileno que comprende agua antes de la introducción en el recipiente de separación es al menos 0°C.
8. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que la corriente de etileno que comprende agua comprende adicionalmente éter dietílico.
- 30
9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el que la corriente de etileno comprende al menos 2% en peso de éter dietílico basado en el peso total de la corriente de etileno que comprende agua.
10. Procedimiento según la reivindicación 8 o 9, en el que al menos una porción del éter dietílico presente en la corriente de etileno que comprende agua se utiliza como una fuente de éter dietílico para la corriente de éter dietílico líquida.
- 35
11. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en el que la corriente de éter dietílico líquida comprende un disolvente que se utiliza para suprimir la temperatura de formación de hidratos de componentes que pueden estar presentes en la corriente de etileno que comprende agua.
12. Procedimiento según la reivindicación 11, en el que la corriente de éter dietílico líquida comprende uno o más disolventes seleccionados de etanol, metanol y etilenglicol.
- 40
13. Procedimiento según la reivindicación 11 o la reivindicación 12, en el que el disolvente se introduce en el recipiente de separación independientemente de la fuente de éter dietílico y se combina con el éter dietílico dentro del recipiente de separación para formar la corriente de éter dietílico líquida.
14. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13, en el que el recipiente de separación es una columna de destilación de varias etapas.

15. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que se proporciona reflujos al recipiente de separación.

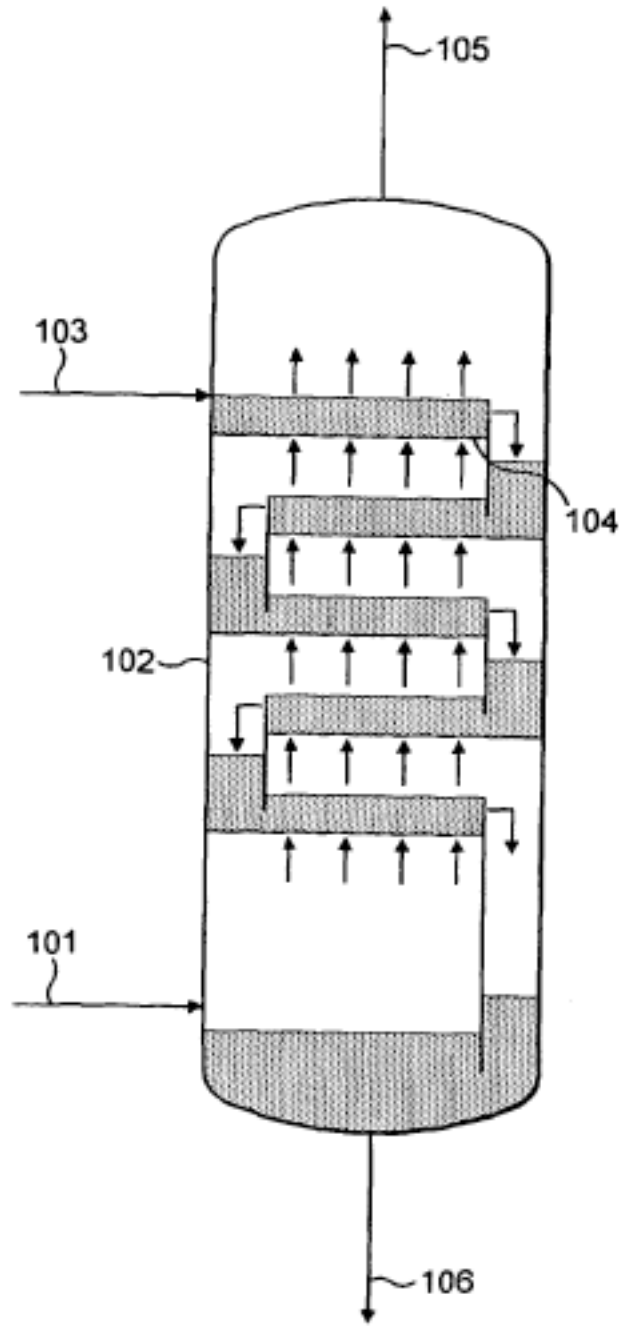


FIG. 1