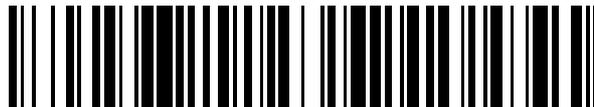


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 442 673**

51 Int. Cl.:

**C07C 29/80** (2006.01)

**C07C 31/12** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.01.2004** **E 04100261 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.10.2013** **EP 1462433**

54 Título: **Procedimiento para la separación de 2-butanol a partir de mezclas de terc.-butanol/agua**

30 Prioridad:

**22.03.2003 DE 10312918**

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

**12.02.2014**

73 Titular/es:

**EVONIK DEGUSSA GMBH (100.0%)  
Rellinghauser Strasse 1-11  
45128 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**BECKMANN, ANDREAS, DR. y  
REUSCH, DIETER, DR.**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

**ES 2 442 673 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 la separación de 2-butanol a partir de mezclas de terc.-butanol/agua

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la separación de 2-butanol (denominado en el texto también butanol secundario o SBA) a partir de mezclas de terc.-butanol/agua que, en la disociación de terc.-butanol (TBA), en particular del preparado a partir de mezclas técnicas de hidrocarburos C<sub>4</sub>, precipitan en isobuteno y agua.

10 Una separación de SBA a partir de una mezcla técnica que presenta SBA, TBA y agua, siendo la porción en masa de agua en la mezcla ciertamente mayor que las concentraciones límite de la línea límite de destilación que une a los dos azeótropos TBA/agua y SBA/agua, en donde en una primera etapa se separa agua a partir de la mezcla con ayuda de un procedimiento de destilación, y en el que en una segunda etapa la mezcla se separa por destilación en una corriente que presenta SBA y en una corriente que presenta predominantemente TBA y agua, es conocida a partir del documento EP 0 304 770 A1. Considerado de forma aislada, esta separación tiene lugar en las columnas 4 y 5 mostradas en la Figura 4.

15 En el caso de la corriente de entrada 25, del proceso mostrado en la Figura 4 del documento EP 0 304 770 A1 se trata de una mezcla a base de agua, TBA y SBA, lo cual, no obstante, en virtud de su porción de SBA dominante, no corresponde al preámbulo de la reivindicación 1.

20 Isobuteno es una sustancia de partida para la preparación de caucho de butilo, poliisobutileno, oligómeros de isobuteno, aldehídos C<sub>5</sub> y ácidos carboxílicos C<sub>5</sub> ramificados. Además, se emplea como agente de alquilación y como producto intermedio para la producción de peróxidos.

25 En corrientes técnicas, el isobuteno se presenta junto con hidrocarburos C<sub>4</sub> saturados e insaturados. A partir de estas mezclas, el isobuteno no puede ser separado por destilación de forma rentable debido a la escasa diferencia entre los puntos de ebullición o bien el muy bajo factor de separación entre isobuteno y 1-buteno. Por lo tanto, el isobuteno se obtiene a partir de mezclas hidrocarbonadas técnicas debido a que el isobuteno se hace reaccionar para formar un derivado que se puede separar fácilmente de la mezcla de hidrocarburos remanente, y debido a que el derivado aislado se puede volver a disociar en isobuteno y agente de derivatización.

30 Habitualmente, el isobuteno se separa a partir de cortes C<sub>4</sub>, por ejemplo de la fracción C<sub>4</sub> de un craqueador a fase de vapor, como sigue. Después de separar la mayor parte de los hidrocarburos varias veces insaturados, principalmente butadieno, mediante (destilación por) extracción o hidrogenación selectiva para formar butenos lineales, la mezcla remanente (refinado I o craqueo C<sub>4</sub> hidrogenado) se hace reaccionar con alcohol o agua. En el caso de utilizar metanol como alcohol, se forma metil-terc-butiléter (MTBE) y, en el caso de emplear agua, terc-butanol (TBA). Después de su separación, ambos productos pueden disociarse, a la inversa de su formación, en isobuteno.

35 La disociación de TBA se puede llevar a cabo de manera más sencilla que la disociación de MTBE y proporciona menos productos secundarios y, por consiguiente, es el procedimiento preferido para la obtención de isobuteno. Preferiblemente, la disociación de TBA se lleva a cabo en presencia de un ácido en la fase gaseosa o líquida bajo conversión parcial de TBA.

40 Si para la preparación de TBA a partir de isobuteno se emplean corrientes de hidrocarburos con contenido en isobuteno, las cuales también contienen butenos lineales, se forma en pequeñas cantidades también 2-butanol (SBA).

45 Esto sigue siendo no crítico, en la medida en que la mezcla de reacción resultante se elabore formando un TBA puro o un azeótropo de TBA/agua. En este caso, debido al sólo bajo contenido en 2-butanol en la mezcla de reacción, no se rebasa por arriba la concentración de 2-butanol máxima permitida de, por ejemplo, 0,2% en masa en TBA o en el azeótropo de TBA/agua.

50 No obstante, si el TBA técnico o el azeótropo de TBA/agua se disocia, bajo conversión parcial, en isobuteno y agua, entonces precipita, después de la separación del isobuteno resultante, una mezcla de TBA/agua en la que está acumulado el 2-butanol (SBA). Esta mezcla no es adecuada sin una separación de 2-butanol para la preparación de TBA o azeótropo de TBA/agua habitual en el comercio. Asimismo, no es conveniente preparar

isobuteno a partir de esta mezcla, dado que con el contenido creciente en 2-butanol, aumenta también la concentración de butenos lineales en el isobuteno, con lo que se no se puede cumplir con esta especificación. Por lo tanto, es necesario expulsar una parte del 2-butanol, evitando pérdidas de TBA.

- 5 Por lo tanto, misión de la presente invención era habilitar un procedimiento con el que fuese posible separar SBA a partir de mezclas que presentan SBA, TBA y agua, sin que se produzcan pérdidas de TBA.

La mezcla de tres sustancias a base de SBA, TBA y agua es, no obstante, difícil de separar por destilación, dado que en este sistema de tres sustancias discurre una línea límite de destilación (en la bibliografía denominada a veces también como línea de destilación límite) que une el azeótropo binario agua/TBA a aproximadamente 11% en masa de agua (en la bibliografía se pueden encontrar valores a presión normal de 10 a 12,5% en masa) (punto B en la Fig. 1) con el azeótropo binario agua/SBA a aprox. 28% en masa de agua (en la bibliografía se pueden encontrar valores a presión normal de 26,7 a 32% en masa) (punto C en la Fig. 1). Mediante esta línea límite de destilación, se separan dos campos de destilación. Lo característico del sistema de tres sustancias anterior, representado en la Figura 1, son dos campos de destilación: el campo de destilación 1 en la zona A-B-C-A y el campo de destilación 2 en la zona B-E-D-C-B. En el campo de destilación 1 se encuentra agua como compuesto de alto punto de ebullición, el compuesto de bajo punto de ebullición en esta zona es el azeótropo TBA/agua, y el compuesto de ebullición medio es el azeótropo SBA/agua que no puede ser separado en una forma pura.

20 Con el fin de expulsar SBA a partir de una unión de la instalación de TBA-isobuteno, lo más rentable es utilizar para ello la corriente más rica en SBA. Las corrientes obtenidas en la separación de TBA presentan, sin embargo, un contenido relativamente bajo en SBA. Habitualmente, presentan composiciones que se encuentran en el campo de destilación 1. La mayoría de las veces, estas corrientes contienen también, además, pequeñas cantidades de otras sustancias, cuya presencia no debe, no obstante, ser considerada a este respecto. Si se pretende elaborar por destilación una mezcla de este tipo con una composición en la zona del campo de destilación 1, se puede obtener agua pura como compuesto de alto punto de ebullición y una mezcla a base de SBA/TBA/agua como fracción de cabeza, o bien se puede obtener en el destilado de una columna como mezcla de más bajo punto de ebullición el azeótropo TBA/agua y en el fondo una mezcla de mayor punto de ebullición a base de SBA/TBA/agua con una elevada porción de agua. Por lo tanto, por motivos de balance de masas y en virtud del transcurso desfavorable de las líneas de destilación, no se puede de modo alguno aumentar el contenido en SBA de manera que una expulsión de esta corriente sea conveniente desde un punto de vista de rentabilidad. También el vacío de mezcla existente en el sistema (véase la Figura 1: C-F-G-C) no puede ser utilizado de manera rentable para la separación de los componentes o su enriquecimiento

35 Sin embargo, sorprendentemente, se encontró que a partir de una corriente de producción que presenta agua, SBA y TBA, y cuya composición se encuentra en la zona del campo de destilación 1, en particular a partir de una corriente de producción en la que está acumulado SBA, SBA se puede separar prácticamente sin pérdidas de TBA si de la corriente de producción utilizada como mezcla de partida se extrae primeramente agua en una columna y luego se la aporta por mezcladura tanta cantidad de TBA que la mezcla obtenida presente una composición que se encuentre en la zona del campo de destilación 2, y, por consiguiente, la mezcla pueda ser separada por destilación en SBA y en una mezcla de TBA/agua.

45 Por consiguiente, objeto de la invención es un procedimiento para la separación de SBA a partir de una mezcla técnica que presenta SBA, TBA y agua, siendo la porción en masa de agua en esta mezcla mayor que las concentraciones límite de la línea límite de destilación que une los dos azeótropos TBA/agua y SBA/agua, es decir, la mezcla se encuentra, en relación con su composición de SBA/TBA/agua, en la zona del campo de destilación 1, el cual se caracteriza por que mediante la adición de TBA, la concentración de agua en la mezcla se reduce hasta que la mezcla obtenida presente, en relación con su composición de SBA/TBA/agua, una porción en masa de agua que sea menor que la concentración límite de la línea de límite de destilación que une los dos azeótropos TBA/agua y SBA/agua, es decir, se encuentre en relación con su composición de SBA/TBA/agua en la zona del campo de destilación 2, y por que esta mezcla se separa por destilación en una corriente que presenta SBA y en una corriente que presenta predominantemente TBA y agua, y en donde de la mezcla técnica se extrae agua en una columna antes de la aportación de la corriente con contenido en TBA.

55 Por lo tanto, en el procedimiento de acuerdo con la invención, la separación de SBA tiene lugar a partir de una mezcla que, en relación con el sistema de tres sustancias SBA/TBA/agua, se encuentra en el campo de destilación 1, mediante adición a esta mezcla de una corriente con contenido en TBA, con lo que la composición del sistema de tres sustancias se desplaza al campo de destilación 2, y subsiguiente destilación.

Mediante el procedimiento de acuerdo con la invención es entonces posible separar SBA a partir de mezclas que presenten SBA, TBA y agua, siendo la porción en masa de agua en estas mezclas mayor que las concentraciones límites de la línea límite de destilación que une los dos azeótropos TBA/agua y SBA/agua y, con ello, no pueda ser separado puramente por destilación. Mediante el uso de una corriente con contenido en TBA que presenta preferiblemente menos de 12% en masa de agua, así como, eventualmente, pequeñas cantidades de compuestos de elevado punto de ebullición (tales como, p. ej., hidrocarburos C<sub>8</sub> o C<sub>12</sub> que proceden de la oligomerización de isobuteno, alcoholes C<sub>8</sub>) y/o pequeñas cantidades de compuestos de bajo punto de ebullición (tales como p. ej. isobuteno u otros hidrocarburos C<sub>4</sub>) para modificar la concentración en la mezcla se puede renunciar al uso de agentes de arrastre o de otras sustancias extrañas, de modo que se puede evitar una separación compleja de estos coadyuvantes y se excluye el riesgo de la impurificación de los productos por parte de estos coadyuvantes durante el tratamiento. Esta corriente de TBA puede obtenerse preferiblemente a partir de una instalación para la preparación de TBA anhidra.

A continuación se describe el procedimiento de acuerdo con la invención, sin que el procedimiento deba limitarse a estas formas de realización.

El procedimiento de acuerdo con la invención para la separación de 2-butanol (SBA) a partir de una mezcla técnica que presenta 2-butanol, terc.-butanol (TBA) y agua, siendo la porción en masa de agua en la mezcla mayor que las concentraciones límite de la línea límite de destilación que une los dos azeótropos TBA/agua y SBA/agua, es decir, la mezcla se encuentra en relación con su composición de SBA/TBA/agua en la zona del campo de destilación 1, se distingue por que la concentración de agua de la mezcla se reduce mediante la extracción de agua seguida de la adición de una corriente con contenido en TBA hasta que la mezcla obtenida presente, en relación con su composición de SBA/TBA/agua, una proporción en masa de agua que sea menor que la concentración límite de la línea límite de destilación que une los dos azeótropos TBA/agua y SBA/agua, por lo tanto, se encuentre, en relación con su composición de SBA/TBA/agua, en la zona del campo de destilación 2, y por que esta mezcla se separa por destilación en una corriente que presenta SBA y en una corriente que presenta TBA y agua.

Preferiblemente, se añade por mezcladura una corriente con contenido en TBA que presenta un contenido en agua menor que 12% en masa, preferiblemente menor que 10% en masa y, de manera particularmente preferida, menor que 5% en masa. La corriente con contenido en TBA puede presentar 90 a 99,99% de TBA. Junto a TBA y, eventualmente, agua, la corriente con contenido en TBA puede presentar, además, eventualmente pequeñas cantidades (de 0,0001 a 5% en masa) de compuestos de alto punto de ebullición (tales como, p. ej., hidrocarburos C<sub>8</sub> o C<sub>12</sub> que proceden de la oligomerización de isobuteno, alcoholes C<sub>8</sub>) y/o compuestos de bajo punto de ebullición (tales como, p. ej., isobuteno u otros hidrocarburos C<sub>4</sub>).

A la mezcla técnica se le extrae por destilación agua antes de la adición de la corriente con contenido en TBA. Mediante destilación de la mezcla técnica, ésta se separa en un producto del fondo rico en agua y en un producto de cabeza que presenta un contenido en agua que es ciertamente mayor que la concentración límite de la línea límite de destilación que une los dos azeótropos TBA/agua y SBA/agua, es decir, se encuentra, en relación con su composición de SBA/TBA/agua, en la zona del campo de destilación 1, pero es menor que la concentración original del agua. La mezcla técnica, tratada previamente de esta manera, se elabora entonces de acuerdo con la invención mediante la adición de una corriente con contenido en TBA. Este modo de proceder tiene la ventaja de que sólo debe añadirse una cantidad relativamente pequeña de corriente con contenido en TBA con el fin de modificar la concentración de la mezcla de forma que ésta se encuentre en la zona del campo de destilación 2.

La mezcla, a la que se añadió una corriente con contenido en TBA, y que se elabora por destilación, presenta preferiblemente un contenido en agua menor que 10% en masa, referido al sistema de tres componentes SBA/TBA/agua. Sin embargo, es esencial que la mezcla se encuentre, en relación con su contenido en agua, en el campo de destilación 2, es decir, presente una porción en masa de agua menor que el contenido en agua de una mezcla con una composición correspondiente a la línea límite de destilación B-C que une los azeótropos SBA/agua y TBA/agua. Preferiblemente, el contenido en agua, referido al sistema de tres componentes SBA/TBA/agua, en el caso de contenidos de SBA de 0,0001 a 6% en masa, es menor que 11% en masa, preferiblemente menor que 10% en masa y, de manera particularmente preferida, menor que 9,5% en masa. En el caso de contenidos en SBA de 6,01 a 15% en masa, el contenido en agua referido al sistema de tres componentes SBA/TBA/agua es preferiblemente menor que 15% en masa, preferiblemente menor que 14 y, de manera particularmente preferida, menor que 13% en masa. Además, la mezcla puede presentar hasta 5% en masa, preferiblemente hasta 3% en masa, de manera muy particularmente preferida de 2,5 a 0,01% en masa de otras sustancias, por ejemplo olefinas

o alcoholes C<sub>8</sub>.

5 El procedimiento de acuerdo con la invención se lleva a cabo preferiblemente de modo que la mezcla, a la que se añadió una corriente con contenido en TBA, se separa por destilación en una fracción que presenta 2-butanol, la cual presenta menos de 1% en masa, preferiblemente menos de 0,5% en masa de terc.-butanol. El 2-butanol que se separa en el tratamiento por destilación, puede recogerse de la fase de vapor de un evaporador de una columna, o en forma de vapor o líquido como corriente secundaria en la parte accionada de esta columna.

10 El producto de cabeza obtenido como destilado en la separación por destilación de la mezcla a la que añadió una corriente con contenido en TBA, puede añadirse por mezclado, al menos en parte, a la mezcla técnica a la que se añadió una corriente con contenido en TBA. En función de la concentración de partida de la mezcla técnica y de la separación de agua por destilación eventualmente realizada, puede suceder que la mezcla de tres sustancias presente una concentración en la proximidad de la línea límite de destilación B-C. En el caso de una composición de este tipo puede ser incluso suficiente añadir a la mezcla técnica sólo una pequeña corriente con contenido en TBA con una parte del producto de cabeza obtenido como destilado, dado que también de esta manera se puede desplazar la composición de la mezcla al campo de destilación 2.

20 La separación por destilación de corrientes de sustancias que resultan en el procedimiento de acuerdo con la invención, en particular de la mezcla a la que se añadió una corriente con contenido en TBA, puede llevarse a cabo en una o varias columnas con estructuras internas que se componen de suelos, estructuras internas rotatorias, empaquetamientos desordenados y/u ordenados. Preferiblemente, la separación por destilación de esta mezcla tiene lugar en una única columna.

25 En el caso de los suelos de las columnas pueden pasar a emplearse los siguientes tipos:  
suelos con taladros o ranuras en la placa del suelo.  
Suelos con cuellos o chimeneas que están cubiertos por campanas, caperuzas o cubiertas.  
Suelos con taladros en la placa del suelo que están cubiertos por válvulas móviles.  
Suelos con construcciones especiales.

30 En columnas con estructuras internas rotatorias, el material de retorno es rociado por parte de embudos rotatorios o es extendido como película con ayuda de un rotor sobre una pared del tubo caldeada.

35 En las columnas utilizadas en el procedimiento de acuerdo con la invención pueden emplearse cargas irregulares con cuerpos de relleno diferentes. Estas cargas pueden componerse de casi todos los materiales – acero, acero noble, cobre, carbono, piedra, porcelana, vidrio, materiales sintéticos, etc. – y de diferentes formas – esferas, anillos con superficies lisas o perfiladas, anillos con nervios internos o taladros en la pared, anillos de tela metálica, cuerpos de asiento y espirales - .

40 Empaquetamientos con una geometría regular pueden consistir, p. ej., en chapas o tejidos de metal o material sintético. Ejemplos de empaquetamientos de este tipo son paquetes de tejido Sulzer BX, paquetes de laminillas Sulzer Mellapak de chapa metálica, paquetes de alto rendimiento tales como MellapakPlus, paquetes estructurales de Sulzer (Optiflow), Montz (BSH) y Kühni (Rombopak).

45 La columna (2) para la deshidratación previa de la mezcla técnica empleada como precursor presenta preferiblemente un número de etapas de separación teóricas de 3 a 50, en particular de 6 a 40. El plato de afluencia depende de la composición de la mezcla en el campo de destilación 1. La alimentación del producto afluente tiene lugar preferiblemente en los platos teóricos 2º a 55º, contados desde arriba, en particular en los 3º a 35º.

50 La columna empleada para la separación de la mezcla obtenida mediante la adición de la corriente con contenido en TBA presenta preferiblemente un número teórico de etapas de separación de 5 a 70, preferiblemente un número teórico de etapas de separación de 10 a 60. El plato de afluencia depende de la composición de la mezcla. Se ha manifestado ventajoso que la alimentación de la mezcla tenga lugar en los platos teóricos 2º a 55º, en particular en los 3º a 35º.

55 La presión de trabajo de las columnas (2) y (6) asciende preferiblemente a 0,01 hasta 15 bar abs. (bara). Las dos columnas para la separación de agua a partir de la mezcla técnica antes de la adición de la corriente con contenido en TBA (ante-columna) y la columna para la separación por destilación de la mezcla obtenida después de la

adición de la corriente con contenido en TBA se hacen funcionar a las mismas o a presiones diferentes. A la misma presión, las columnas se hacen funcionar preferiblemente a 0,5 a 10 bara, a una presión diferente, la presión se encuentra preferiblemente en el intervalo de 0,5 a 10 bara para la ante-columna y en el intervalo de 0,1 a 10 bara para la columna (6).

5 En la destilación de la mezcla obtenida después de la adición de la corriente con contenido en TBA resulta un producto del fondo en forma de corriente que contiene 2-butanol y, eventualmente, compuestos de elevado punto de ebullición. El contenido en TBA en la misma asciende preferiblemente a menos de 2% en masa, preferiblemente a menos de 1,7% en masa. Como producto de cabeza se extrae una mezcla a base de TBA, agua y, eventualmente, compuestos de bajo punto de ebullición. El contenido en 2-butanol en el producto de cabeza asciende preferiblemente a menos de 4% en masa, en particular a menos de 3% en masa. En el fondo de la columna se puede obtener 2-butanol sin o casi sin compuestos de alto punto de ebullición, extrayendo el 2-butanol de la fase de vapor del evaporador o en forma de vapor o líquido como corriente secundaria en la parte accionada de la columna.

10 Las fracciones de TBA obtenidas con el procedimiento de acuerdo con la invención y separadas de la mezcla pueden utilizarse para los fines conocidos. Por ejemplo, pueden servir como material de partida para la preparación de isobuteno. Compuestos de bajo punto de ebullición eventualmente contenidos en las mismas pueden separarse por destilación.

15 El 2-butanol separado puede aprovecharse para las aplicaciones técnicas habituales. Así, puede emplearse, p. ej., como precursor para metil-etil-cetona, como disolvente para barnices y resinas, como componente de líquidos de freno así como componente de agentes de purificación. Además de ello, encuentra aplicación en la fabricación de sustancias aromatizantes, colorantes y agentes humectantes.

20 Con el procedimiento de acuerdo con la invención, 2-butanol puede separarse sin pérdidas de TBA a partir de mezclas ternarias arbitrarias a base de TBA, SBA y agua que se encuentran en el campo de destilación 1. Esto se consigue incluso cuando las mezclas presentan adicionalmente hasta 5% en masa de compuestos de elevado punto de ebullición (tales como, p. ej., hidrocarburos  $C_8$  o  $C_{12}$  que proceden de la oligomerización de isobuteno, alcoholes  $C_8$ ) y/o compuestos de bajo punto de ebullición (tales como, p. ej., isobuteno u otros hidrocarburos  $C_4$ ). Mediante el procedimiento de acuerdo con la invención puede prepararse por lo tanto, 2-butanol, en particular 2-butanol que presenta un contenido en terc.-butanol preferiblemente menor que 1, preferiblemente menor que 0,5% en masa.

25 En el procedimiento de acuerdo con la invención se emplean, en particular, corrientes de TBA en las que está acumulado 2-butanol, a partir de instalaciones en las que se prepara isobuteno a partir de TBA mediante disociación de agua. Estas corrientes contienen la mayoría de las veces hidrocarburos  $C_4$  y productos consecutivos de la reacción de olefinas  $C_4$  como otros componentes.

30 La representación en la Fig. 2 muestra el esquema de bloques de una instalación en la que se puede llevar a cabo un tipo de realización especial del procedimiento de acuerdo con la invención. La mezcla (1) técnica que sirve como precursor, que presenta una composición en el campo de destilación 1, se elabora primeramente en una columna (2), también denominada ante-columna, de modo que en el fondo de la ante-columna se expulsa una corriente (3) rica en agua. A la mezcla (4) técnica pre-deshidratada de este modo, que sigue presentando todavía una composición en el campo de destilación 1, se añade entonces tal cantidad de corriente (5) con contenido en TBA que la mezcla obtenida presenta una composición que se encuentra en el campo de destilación 2. Opcionalmente, a esta mezcla se le puede añadir una parte (9) del destilado (8) de la columna (6), en donde, mediante la adición de esta corriente la composición no debe modificarse de manera que la composición ya no se encuentre en el campo de destilación 2. Esta mezcla es introducida en la columna (6) y en ésta se separa en un producto del fondo (7) con el 2-butanol a separar y en un producto de cabeza (8) que contiene TBA, agua y, eventualmente, compuestos de bajo punto de ebullición. La corriente de destilado (8) puede emplearse de nuevo, totalmente o en parte, directamente como material de afluencia en la parte de la instalación de una disociación de TBA. Opcionalmente, la columna (6) se hace funcionar a una presión diferente a la de la columna (2). Con el fin de obtener 2-butanol con una pequeña porción de compuestos de alto punto de ebullición, este producto puede ser extraído de la fase de vapor del evaporador o en forma de vapor o líquido, como corriente lateral (7A) en la parte accionada de la columna (6).

En los organigramas no se representan componentes constructivos habituales tales como bombas, compresores,

válvulas, intercambiadores de calor y evaporadores, pero son componentes constructivos naturales de una instalación.

- 5 El siguiente Ejemplo ha de explicar la invención sin limitar el campo de aplicación que resulta de la descripción y de las reivindicaciones.

### Ejemplo

- 10 La separación de SBA tuvo lugar en una instalación realizada según la Figura 2, con la particularidad de que se suprimieron la corriente (7A) y (9). El diámetro de la columna (2) ascendió en este caso a 50 mm. Se instaló un paquete de destilación metálico con 12 etapas teóricas, la afluencia tuvo lugar en la 7ª etapa teórica contada desde arriba. El diámetro de la columna (6) ascendió asimismo a 50 mm. Se instaló un paquete de destilación metálico con 20 etapas teóricas, la afluencia tuvo lugar en la 6ª etapa teórica contada desde arriba. La afluencia (1) se retiró de la instalación a gran escala y se utilizó para los ensayos. Los números de corriente en la tabla siguiente son los mismos que en la Figura 2. El destilado (4) de la columna (2) se reunió y se empleó, en parte, como afluencia hacia la segunda columna (6). Componentes con una concentración menor que 0,1 partes en masa en la mezcla no están por norma general recogidos en la Tabla.

Número de corriente	Denominación de la corriente	Flujo másico [kg/h]	Composición de la corriente en partes en masa
1	Afluencia reciente	1,80	63,5 de agua 30,2 de TBA 4,5 de 2-butamol 1,7 de alcohol C <sub>8</sub> 0,1 de demás sustancias
3	Agua residual	1,03	96,9 de agua 0,1 de TBA 0,1 de 2-butamol 2,9 de alcohol C <sub>8</sub>
4	Mezcla pre-deshidratada, destilado de la columna (2)	0,77	18,9 de agua 70,3 de TBA 10,4 de 2-butamol 0,1 de alcohol C <sub>8</sub> 0,3 de demás sustancias
4	Mezcla pre-deshidratada, afluencia a la columna (6)	0,75	18,9 de agua 70,3 de TBA 10,4 de 2-butamol 0,1 de alcohol C <sub>8</sub> 0,3 de demás sustancias
5	TBA reciente	0,75	0,004 de agua 99,8 de TBA 0,15 de 2-butamol 0,01 de alcohol C <sub>8</sub> 0,036 de demás sustancias
7	Fondo de la columna (6)	0,08	0,3 de TBA 96,7 de 2-butamol 1,2 de alcohol C <sub>8</sub> 1,9 de demás sustancias
7A	Extracción de la corriente secundaria de la columna (6)	se suprime	
8	Destilado de la columna (6)	1,42	10,0 de agua 89,6 de TBA 0,4 de 2-butamol 0,1 de demás sustancias
9	Corriente de reciclaje	se suprime	

- 20 La columna (2) se hizo funcionar a 1 bara con una relación de retorno de 3,5. La columna (6) se hizo funcionar a 1 bara con una relación de retorno de 4.

Como se puede deducir de la Tabla 1, con el procedimiento de acuerdo con la invención es fácilmente posible una separación de SBA, estando limitadas las pérdidas de TBA a la pequeña porción en el producto de cabeza de la columna.

5

**REIVINDICACIONES**

- 5 1.- Procedimiento para la separación de 2-butanol (SBA) a partir de una mezcla técnica que presenta 2-butanol, terc.-butanol (TBA) y agua, siendo la porción en masa de agua en la mezcla mayor que la concentración límite de la línea límite de destilación que une los dos azeótropos TBA/agua y SBA/agua,
- 10 en el que la concentración de agua de la mezcla se reduce mediante la adición de una corriente con contenido en TBA de modo que la mezcla obtenida presenta, en relación con su composición de SBA/TBA/agua, una porción en masa de agua que es menor que la concentración límite de la línea límite de destilación que une los dos azeótropos TBA/agua y SBA/agua, y en el que esta mezcla se separa por destilación en una corriente que presenta SBA y una corriente que presenta TBA y agua,
- 15 y en el que de la mezcla técnica, antes de la aportación de la corriente con contenido en TBA en una columna, se retira agua.
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que se aporta por mezcladura una corriente con contenido en TBA que presenta un contenido en agua menor que 12% en masa.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado por que se aporta por mezcladura una corriente con contenido en TBA que presenta un contenido en agua menor que 5% en masa.
- 20 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que a la mezcla técnica, a la que se añade una corriente con contenido en TBA, se le aporta por mezcladura, adicionalmente, una parte de la corriente que resulta en la separación por destilación de esta mezcla como destilado, que presenta agua y TBA.
- 25 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado por que la mezcla, a la que se añadió una corriente con contenido en TBA, y que se elaboró por destilación, presenta un contenido en agua menor que 10% en masa, referido al sistema de tres componentes SBA/TBA/agua.
- 30 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado por que la mezcla, a la que se añadió una corriente con contenido en TBA, se separa en una fracción que presenta 2-butanol, que presenta menos de 1% en masa de terc.-butanol.
- 35 7.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado por que 2-butanol, que se separa en el tratamiento por destilación, se extrae de la fase de vapor de un evaporador de una columna en forma de vapor o líquido o como corriente secundaria en la parte accionada de esta columna.
- 40 8.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado por que la columna para la separación de agua a partir de la mezcla técnica, antes de la adición de la corriente con contenido en TBA, y la columna para la separación por destilación de la mezcla obtenida después de la adición de la corriente con contenido en TBA, se hacen funcionar a presiones diferentes.

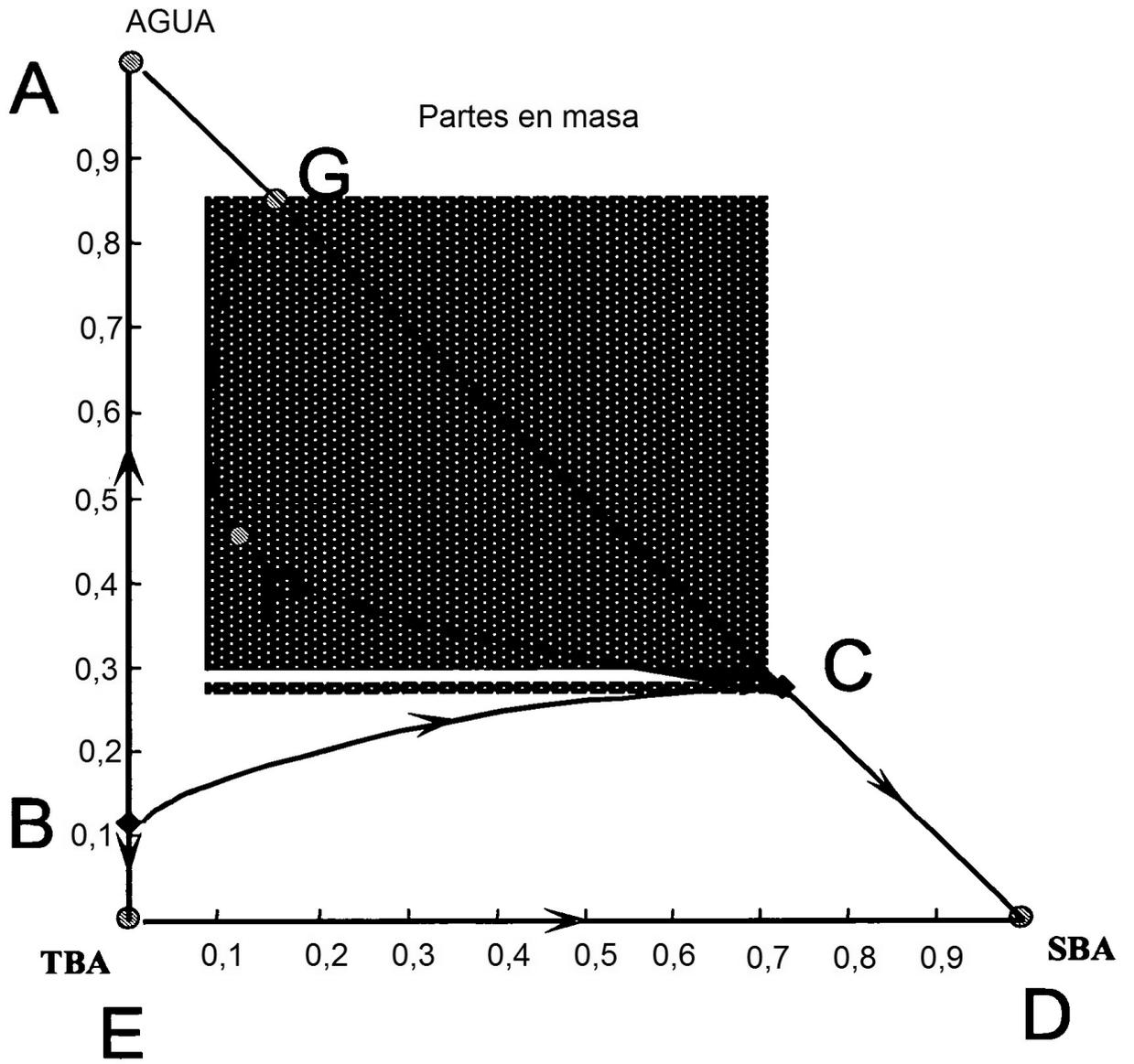


Fig. 1

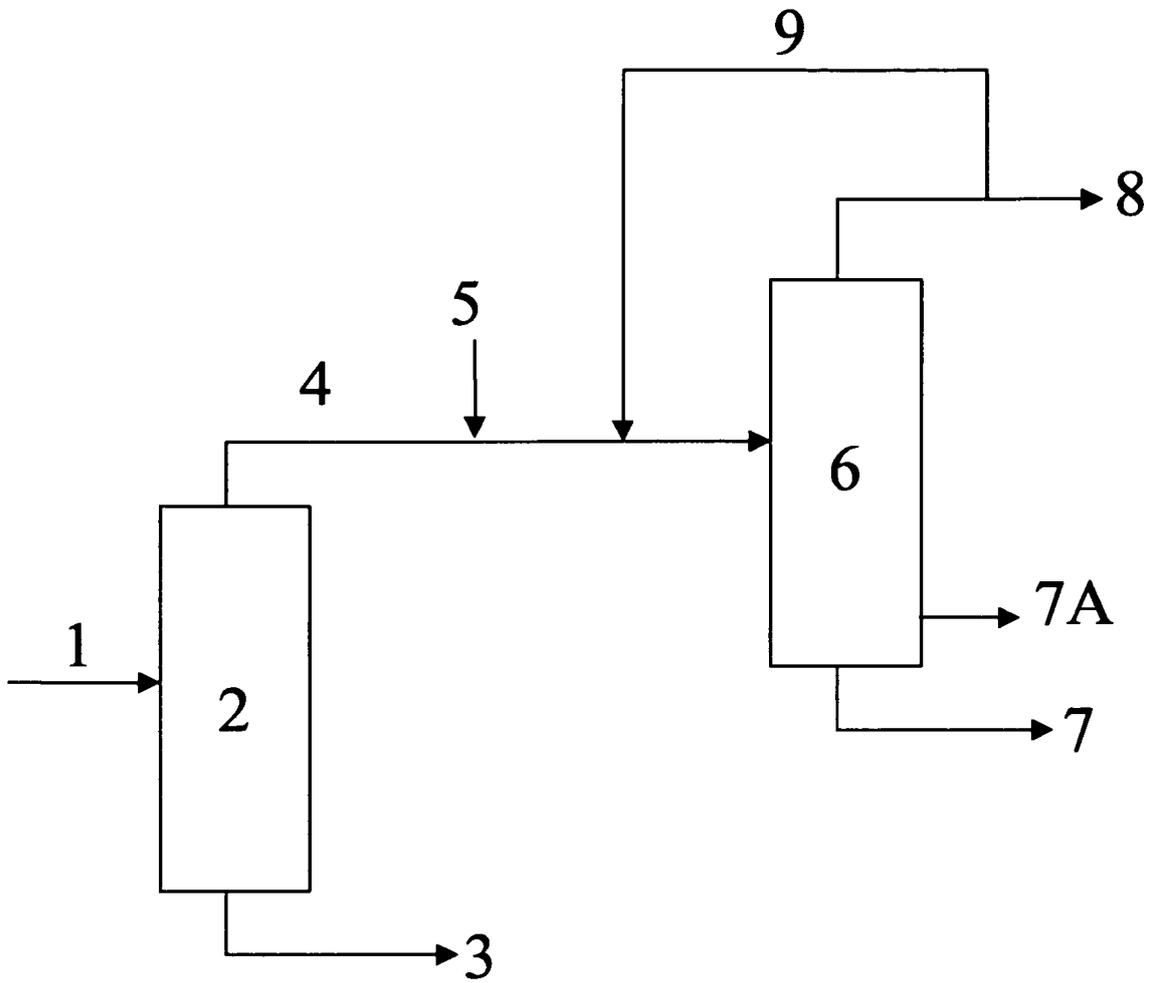


Fig. 2