

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 453 067**

51 Int. Cl.:

B01D 3/14 (2006.01)

B01D 3/32 (2006.01)

B01D 3/42 (2006.01)

C07C 213/10 (2006.01)

C07C 213/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.09.2009 E 09783090 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.02.2014 EP 2331225**

54 Título: **Dispositivos y procedimiento para la separación destilativa continua de una mezcla que contiene una o varias alcanolaminas**

30 Prioridad:

17.09.2008 EP 08164480

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

03.04.2014

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**SCHMIDT, WILLI;
KAIBEL, GERD;
GEISLER, ELKE;
REIF, WOLFGANG;
JULIUS, MANFRED y
PAPE, FRANK-FRIEDRICH**

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 453 067 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

Dispositivos y procedimiento para la separación destilativa continua de una mezcla que contiene una o varias alcanolaminas

5 La presente invención se refiere a un dispositivo y a un procedimiento para la separación destilativa continua de una mezcla que contiene monoisopropanolamina (MIPOA), diisopropanolamina (DIPOA) y triisopropanolamina (TIPOA).

Para la descomposición destilativa, por ejemplo, continua, de mezclas de varias sustancias se usan distintas variantes de procedimiento. En el caso más sencillo, se descompone la mezcla que va a separarse (mezcla de entrada) en dos fracciones, una fracción de cabeza de bajo punto de ebullición y una fracción de cola de alto punto de ebullición.

10 En la separación de mezclas de entrada en más de dos fracciones, según estas variantes de procedimiento, deben utilizarse varias columnas de destilación. Para limitar el coste de los aparatos, en la separación de mezclas de muchas sustancias, se utilizan, en la medida de lo posible, columnas con salidas laterales líquidas o en forma de vapor.

15 Sin embargo, la posibilidad de aplicación de columnas de destilación con salidas laterales está fuertemente limitada debido a que los productos extraídos en los sitios de salida lateral raramente o nunca están completamente limpios. En el caso de extracciones laterales en la parte de refuerzo de la columna, que habitualmente tienen lugar en forma líquida, el producto lateral contiene aún porcentajes de componentes de bajo punto de ebullición, que deben separarse a través de la cabeza. Esto mismo puede aplicarse para extracciones laterales en la parte de salida de la columna, que en la mayoría de los casos tienen lugar en forma de vapor, en las que el producto lateral presenta aún porcentajes de sustancias de alto punto de ebullición.

20 El uso de columnas de salida lateral convencionales está por lo tanto limitado a casos en los que están permitidos productos laterales impurificados.

25 Una posibilidad auxiliar la ofrecen las columnas de pared divisoria, en las que pueden obtenerse también los productos laterales con elevada pureza (véase por ejemplo la figura 1). Este tipo de columna se describe por ejemplo en los documentos:

30 US 2.471.134, US 4.230.533, EP 122 367 A, EP 126 288 A, EP 133 510 A,
Chem. Eng. Technol. 10, (1987), páginas 92 - 98,
Chem.-Ing.-Tech. 61, (1989), N° 1, páginas 16 - 25,
Gas Separation and Purification 4 (1990), páginas 109 - 114,
Process Engineering 2 (1993), páginas 33 - 34,
Trans IChemE 72 (1994), Parte A, páginas 639 - 644,
y
Chemical Engineering 7 (1997), 72 - 76.

35 En este tipo de construcción, en la zona central por encima y por debajo del sitio de entrada y de la extracción lateral, está instalada una pared divisoria, que obtura la parte de entrada 2, 4 con respecto a la parte de extracción 3, 5 e impide en esta parte de columna un mezclado transversal de corrientes de líquido y de vapor. Con esto se reduce, en el caso de la separación de mezclas de muchas sustancias, el número de las columnas de destilación necesarias en total. Tal como en el caso de las columnas de salida lateral convencionales, también en el caso de las columnas de pared divisoria pueden utilizarse evaporadores intermedios y condensadores intermedios. Los condensadores intermedios se instalan preferentemente en el extremo superior de la pared divisoria o en la zona de columna común 1 por encima de la pared divisoria. Los evaporadores intermedios se prevén preferentemente en el extremo inferior de la pared divisoria o en la zona de columna común 6 por debajo de la pared divisoria.

45 Una columna de pared divisoria puede sustituirse, con un consumo energético igual, también por la disposición de columnas de destilación acopladas térmicamente. Una descripción de columnas de destilación acopladas térmicamente, que pueden estar realizadas en diferente configuración de aparatos, se encuentra así mismo en los puntos mencionados anteriormente en la literatura técnica. Es también posible, equipar las columnas parciales completamente con evaporadores y condensadores. Esto corresponde a una columna de pared divisoria con un evaporador intermedio y un condensador intermedio. Una ventaja particular de esta configuración especial es que las columnas individuales pueden hacerse funcionar también a diferentes presiones. Esto permite evitar diferencias de temperatura demasiado altas y adaptar las temperaturas de funcionamiento más adecuadamente a los medios de caldeo y de refrigeración predeterminados. Se mejoran las posibilidades de medidas de interconexión de energía.

50 Una configuración especial, en el caso de columnas de pared divisoria y columnas de destilación acopladas térmicamente pueden extraerse en lugar de una también dos fracciones laterales puras. La parte de extracción 3, 5 se amplía mediante una zona de columna 7 intercalada (figura 1a). Es también posible prever en las zonas de columna 1, 3, 7, 5 y 6 o entre las zonas de columna 1 y 3 así como 5 y 6 extracciones laterales adicionales que, sin embargo, no pueden proporcionar ninguna reacción completamente pura.

- Una forma constructiva adicional de columnas de pared divisoria que pueden usarse de acuerdo con la invención prevé realizar la pared divisoria de forma continua o bien hasta el extremo superior o bien el extremo inferior de la columna de destilación (figura 1 b). Esta forma constructiva corresponde a la disposición de una columna principal con columnas laterales conectadas. En esta forma de realización no cabe esperar ninguna ventaja de gastos energéticos o de inversión con respecto a las disposiciones de columnas convencionales.
- Las columnas de pared divisoria y columnas de destilación acopladas térmicamente ofrecen ventajas con respecto a la disposición de columnas de destilación convencionales, tanto en cuanto a la demanda de energía como a los gastos de inversión.
- Para la regulación de columnas de pared divisoria y columnas acopladas térmicamente se describen distintas estrategias de regulación. Se encuentran descripciones en los documentos:
- US 4.230.533, DE 35 22 234 C2, EP 780 147 A,
Process Engineering 2 (1993), 33 - 34, e
Ind. Eng. Chem. Res. 34 (1995), 2094-2103.
- El documento WO 05/035481 A2 (BASF AG) se refiere a un procedimiento para la separación destilativa, continua, de trietanolamina a partir de una mezcla de sustancias, obtenida mediante la reacción de amoníaco con óxido de etileno en fase líquida, a presión y a temperatura elevada, de mono-, di- y trietanolamina así como etanolamina-éter y agua, destilándose la mezcla de sustancias en dos etapas, extrayéndose y separándose en la primera etapa la fracción de sustancias de bajo punto de ebullición y la fracción de sustancias de alto punto de ebullición y destilándose en la segunda etapa la fracción de sustancias de punto de ebullición medio con un contenido en trietanolamina de > 99,4 % en peso y dietanolamina de < 0,2 % en peso.
- El documento WO 05/037769 A1 (BASF AG) describe un procedimiento para la separación destilativa de mezclas que contienen etilenaminas, realizándose la separación en una o varias columnas de pared divisoria y tratándose, en el caso de las etilenaminas, en particular, de etilendiamina (EDA), piperazina (PIP), dietilentriamina (DETA), aminoetilanolamina (AEA) y/o monoetanolamina (MEOA).
- La presente invención se basaba en el objetivo de encontrar un procedimiento económico mejorado para la separación de una mezcla que contiene monoisopropanolamina (MIPOA), diisopropanolamina (DIPOA) y triisopropanolamina (TIPOA). Las alcanolaminas individuales, monoisopropanolamina (MIPOA), diisopropanolamina (DIPOA) y triisopropanolamina (TIPOA), deben producirse a este respecto en cada caso con alta pureza y manteniendo otras características de especificación, en particular la cualidad del color.
- En consecuencia, se halló un procedimiento para la separación destilativa continua de una mezcla que contiene monoisopropanolamina (MIPOA), diisopropanolamina (DIPOA) y triisopropanolamina (TIPOA), que se caracteriza porque en una columna de destilación convencional (K 1) se separan sustancias de bajo punto de ebullición a través de la cabeza y una mezcla que contiene las isopropanolaminas a través de la cola, procesándose adicionalmente esta última en una primera columna de pared divisoria (TK 2), en la que se separan MIPOA como corriente de extracción lateral de la zona dividida longitudinalmente y una mezcla que contiene DIPOA y TIPOA a través de la cola, procesándose adicionalmente esta última en una segunda columna de pared divisoria (TK 3), en la que se obtienen DIPOA como corriente de extracción lateral de la zona dividida longitudinalmente y TIPOA a través de la cola. Véase la figura 2.
- En formas de realización alternativas, puede usarse en lugar de una columna de pared divisoria una interconexión de dos columnas de destilación (convencionales) en forma de un acoplamiento térmico.
- En el caso de las alcanolaminas que van a separarse se trata de monoisopropanolamina (MIPOA), diisopropanolamina (DIPOA) y triisopropanolamina (TIPOA).
- La producción de estas mezclas puede realizarse de acuerdo con distintos procedimientos que se describen en la literatura científica. En el caso del procedimiento de producción se utiliza amoníaco por ejemplo en un exceso molar de una a dos veces con respecto a óxido de propileno. La mezcla de descarga de estas reacciones, que se compone principalmente de, opcionalmente amoníaco sin reaccionar, opcionalmente agua, una o varias alcanolaminas y productos secundarios, se reduce y se desgasifica, a continuación se separan de manera destilativa amoníaco y agua, en cada caso parcial o completamente.
- Se descubrió que el procesamiento destilativo adicional y la obtención pura con cumplimiento de especificaciones de la alcanolamina o de las alcanolaminas se logra de manera especialmente ventajosa en cuanto a la calidad del producto cuando el procesamiento se realiza en columnas de pared divisoria o columnas de destilación acopladas térmicamente y la(s) alcanolamina(s) se extraen como fracción/fracciones lateral(es). Esta configuración de procedimiento permite además bajos gastos de inversión y un consumo energético pequeño.
- Una columna de pared divisoria (TK) típica que va a aplicarse en el procedimiento de acuerdo con la invención (véase la figura 1) presenta en cada caso una pared divisoria (T) en la dirección longitudinal de la columna con la formación de una zona de columna superior común (1), una zona de columna inferior común (6), de una parte de

- 5 entrada (2, 4) con parte de refuerzo (2) y parte de salida (4), así como de una parte de extracción (3, 5) con parte de refuerzo (5) y parte de salida (3), teniendo lugar la alimentación de la mezcla que va a separarse (*feed*) en la zona central de la parte de entrada (2, 4), la evacuación de la fracción de sustancias de alto punto de ebullición a través de la cola (salida de cola C), la evacuación de la fracción de sustancias de bajo punto de ebullición a través de la cabeza (salida de cabeza A) y la evacuación de la fracción de sustancias de punto de ebullición medio a partir de la zona central de la parte de extracción (3, 5) (salida lateral B).
- Las columnas de pared divisoria del procedimiento de acuerdo con la invención presentan en cada caso preferentemente de 30 a 100, en particular de 50 a 90, pisos de separación teóricos.
- 10 La mezcla que contiene alcanolaminas se procesa en columnas de pared divisoria, en las que la(s) alcanolamina(s) se obtienen como productos de salida lateral preferentemente con una pureza > 98,0 % en peso, especialmente \geq 99,0 % en peso.
- La presión de funcionamiento de la columnas se encuentra preferentemente en el intervalo de 0,0001 a 0,5 MPa, de manera especialmente preferente de 0,001 a 0,2 MPa, de manera más especialmente preferente de 0,01 a 0,16 MPa.
- 15 Por presión de funcionamiento ha de entenderse en este documento la presión absoluta medida en la cabeza de la columna.
- La separación se realiza en dos columnas de pared divisoria conectadas en serie, formando la corriente de salida de cola de la primera columna de pared divisoria la corriente de entrada para la segunda columna de pared divisoria.
- 20 Aguas arriba de las columnas de pared divisoria (TK) está conectada una columna de destilación convencional (K), en la que se separan sustancias de bajo punto de ebullición a través de la cabeza, formando la corriente de salida de cola la corriente de entrada para la primera columna de pared divisoria.
- 25 En particular, en el procedimiento de acuerdo con la invención la zona de columna superior común (1) de las columnas de pared divisoria (TK) presenta del 5 al 50 %, preferentemente del 20 al 35 %, la parte de refuerzo (2) de la parte de entrada (2, 4) de la columna del 5 al 50 %, preferentemente del 10 al 20 %, la parte de salida (4) de la parte de entrada de la columna del 5 al 50 %, preferentemente del 20 al 35 %, la parte de refuerzo (3) de la parte de extracción (3, 5) de la columna del 5 al 50 %, preferentemente del 7 al 20 %, la parte de salida (5) de la parte de extracción de la columna del 5 al 50 %, preferentemente del 20 al 35 %, y la zona inferior común (6) de la columna del 5 al 50 %, preferentemente del 20 al 35 %, del número total de los pisos de separación teóricos (nth) de la columna.
- 30 En particular, en las columnas de pared divisoria (TK) en cada caso la suma del número de pisos de separación teóricos de las zonas parciales (2) y (4) en la parte de entrada asciende a del 80 al 110 %, preferentemente del 90 al 100 %, de la suma del número de pisos de separación de las zonas parciales (3) y (5) en la parte de extracción.
- 35 El procedimiento de acuerdo con la invención se caracteriza preferentemente porque el sitio de entrada y el sitio de salida lateral de las columnas de pared divisoria para la separación de alcanolamina(s) con respecto a la posición de los pisos de separación teóricos están dispuestos a diferente altura en la columna, diferenciándose el sitio de entrada en 1 a 20, en particular de 5 a 15, pisos de separación teóricos del sitio de salida lateral.
- 40 En caso de que se planteen requisitos especialmente altos en cuanto a los productos, es favorable dotar la pared divisoria de un aislamiento térmico. Una descripción de las distintas posibilidades del aislamiento térmico de la pared divisoria se encuentra por ejemplo en el documento EP 640 367 A. Una realización de doble pared con un espacio de gas estrecho intermedio es especialmente favorable.
- 45 Preferentemente, la zona parcial dividida por la pared divisoria (T) de las columnas de pared divisoria (TK) que se compone de las zonas parciales 2, 3, 4 y 5 o partes de las mismas está equipada con empaquetamientos o cuerpos llenadores ordenados y la pared divisoria en estas zonas parciales está realizada preferentemente con aislamiento térmico.
- 50 En el procedimiento de acuerdo con la invención se extrae la alcanolamina o las alcanolaminas en el sitio de salida lateral en forma líquida o en forma gaseosa.
- Preferentemente, se ajusta la corriente de vapor en el extremo inferior de las paredes de separación (T) mediante la elección y/o el dimensionamiento de las estructuras internas divisorias y/o la incorporación de dispositivos generadores de pérdidas de presión, por ejemplo de diafragmas, de modo que la relación de la corriente de vapor en la parte de entrada con respecto a la de la parte de extracción ascienda a de 0,8 a 1,2, en particular de 0,9 a 1,1.
- Las relaciones mencionadas en este documento con respecto a determinadas corrientes (por ejemplo corrientes de líquido, corrientes de vapor, corrientes de cola, corrientes de entrada, corrientes de salida lateral) se refieren al peso.
- Preferentemente, el líquido que sale de la zona superior común (1) de las columnas de pared divisoria se recoge en un espacio colector dispuesto en la columna o fuera de la columna y se divide de manera controlada mediante un

ajuste fijo o regulación en el extremo superior de la pared divisoria (T) de modo que la relación de la corriente de líquido hacia la parte de entrada con respecto a la corriente de líquido hacia la parte de extracción asciende a de 0,1 a 2,0, en particular de 0,1 a 1,0, por ejemplo de 0,25 a 0,8.

5 En el procedimiento de acuerdo con la invención preferentemente el líquido se transporta hacia la parte de entrada 2 a través de una bomba o se introduce con regulación cuantitativa a través de una altura de entrada estática de al menos 1 m y la regulación se ajusta de modo que la cantidad de líquido introducida en la parte de entrada no caiga por debajo del 30 % del valor normal.

10 En el procedimiento de acuerdo con la invención preferentemente la división del líquido que sale de la zona parcial 3 en la parte de extracción de la columna de pared divisoria hacia la salida lateral y hacia la zona parcial 5 en la parte de extracción de la columna se ajusta mediante una regulación, por ejemplo en el sistema de control de procesos, de modo que la cantidad de líquido introducida en la zona parcial 5 no caiga por debajo del 30 % del valor normal.

Se prefiere además que las columnas de pared divisoria (TK) presenten en el extremo superior e inferior de la pared divisoria (T) posibilidades de extracción de muestra y que de las columnas se extraigan de manera continua o a intervalos temporales muestras en forma líquida o en forma gaseosa y se examinan en cuanto a su composición.

15 En el caso de la separación de mezclas de varias sustancias en una fracción de sustancias de bajo punto de ebullición, fracción de sustancias de punto de ebullición medio y fracción de sustancias de alto punto de ebullición existen habitualmente especificaciones relacionadas con el porcentaje máximo permitido de sustancias de bajo punto de ebullición y de sustancias de alto punto de ebullición en la fracción de sustancias de punto de ebullición medio. En este sentido se especifican o bien componentes individuales críticos para el problema de separación, los denominados componentes llave, o bien la suma de varios componentes llave.

20 El cumplimiento de la especificación para las sustancias de alto punto de ebullición en la fracción de sustancias de punto de ebullición medio se regula preferentemente a través de la relación de división del líquido en el extremo superior de la pared divisoria. A este respecto, la relación de división del líquido en el extremo superior de las paredes de separación (T) se ajusta de modo que la concentración de los componentes llave para la fracción de sustancias de alto punto de ebullición en el líquido en el extremo superior de la pared divisoria constituye del 5 al 75 %, preferentemente del 10 al 40 %, del valor que ha de alcanzarse en el producto de salida lateral, y la división de líquido se ajusta en el sentido de que en el caso de mayores contenidos en contenidos llave de la fracción de sustancias de alto punto de ebullición se conduzca más líquido hacia la parte de entrada y en el caso de menores contenidos en componentes llave de la fracción de sustancias de alto punto de ebullición se conduzca menos líquido hacia la parte de entrada.

25 De manera correspondiente la especificación para las sustancias de bajo punto de ebullición en la fracción de sustancias de punto de ebullición medio se regula preferentemente mediante la potencia de caldeo. En este sentido la potencia de caldeo en el evaporador de la columna de pared divisoria respectiva se ajusta de modo que la concentración de componentes llave de la fracción de sustancias de bajo punto de ebullición en el líquido en el extremo inferior de las paredes de separación (T) constituye del 10 al 99 %, preferentemente del 25 al 97,5 %, del valor que ha de alcanzarse en el producto de salida lateral, y la potencia de caldeo se ajusta en el sentido de que en el caso de un mayor contenido en componentes llave de la fracción de sustancias de bajo punto de ebullición se aumenta la potencia de caldeo y en el caso de un menor contenido en componentes llave de la fracción de sustancias de bajo punto de ebullición se reduce la potencia de caldeo.

40 Para la compensación de alteraciones de la cantidad de entrada o de la concentración de entrada ha resultado además ventajoso garantizar mediante prescripciones de regulación correspondientes, por ejemplo en el sistema de control de procesos, que los flujos máxicos de los líquidos que se introducen en las partes de columna 2 y 5 (véase la figura 1) no caigan por debajo del 30 % de su valor normal.

45 Para la extracción y la división de los líquidos en el extremo superior de la pared divisoria y en el sitio de extracción lateral son adecuados espacios colectores dispuestos tanto en el interior como fuera de la columna para el líquido, que adoptan la función de un recipiente de bombeo o proporcionan una altura de líquido estática suficientemente alta, que permiten una transmisión de líquido controlada, mediante órganos de regulación, por ejemplo válvulas. En el caso del uso de columnas empaquetadas se recoge el líquido en primer lugar en colectores y desde ahí se conduce a un espacio colector interior o exterior.

50 El procedimiento de acuerdo con la invención se caracteriza preferentemente porque la extracción de destilado se realiza con regulación de la temperatura y como temperatura de regulación se usa un sitio de medición en la zona parcial 1 de la columna de pared divisoria que está dispuesto de 2 a 20, en particular de 4 a 15, pisos de separación teóricos por debajo del extremo superior de la columna.

55 El procedimiento de acuerdo con la invención se caracteriza preferentemente porque la extracción del producto de cola tiene lugar con regulación de la temperatura y como temperatura de regulación se usa un sitio de medición en la zona parcial 6 de la columna de pared divisoria que está dispuesto de 2 a 20, en particular de 4 a 15, pisos de separación teóricos por encima del extremo inferior de la columna.

En una configuración particular adicional la extracción del producto lateral se realiza en la salida lateral con control de nivel y como magnitud de regulación se usa el nivel de líquido en el evaporador.

Se prefiere que las paredes divisorias no estén soldadas a la columna, sino que estén configurados en forma de segmentos parciales insertados de manera desmontable y obturados adecuadamente.

- 5 Una variación adicional de acuerdo con la invención del procedimiento para el procesamiento destilativo de las alcanolaminas consiste en que, en lugar de una de las mencionadas columnas de pared divisoria, que se prefieren en una construcción nueva en cuanto a los gastos de inversión, se usa una interconexión de dos columnas de destilación (convencionales) en forma de un acoplamiento térmico (columnas acopladas térmicamente, que en cuanto a la demanda energética corresponden a una columna de pared divisoria). Esto es entonces favorable sobre
10 todo cuando las columnas ya están presentes y/o las columnas han de hacerse funcionar a diferentes presiones.

En función del número de pisos de separación de las columnas existentes pueden seleccionarse las formas más adecuadas de la interconexión. Preferentemente ambas columnas de destilación acopladas térmicamente están dotadas en cada caso de un evaporador y un condensador propios.

- 15 Además, preferentemente las dos columnas acopladas térmicamente se hacen funcionar a diferentes presiones y en las corrientes de conexión entre las dos columnas sólo se transportan líquidos. Es pues posible seleccionar formas de conexión que permitan que sólo aparezcan corrientes de conexión líquidas entre las columnas de destilación individuales. Estas interconexiones especiales ofrecen la ventaja de que las dos columnas de destilación pueden hacerse funcionar a diferentes presiones con la ventaja de que pueden adaptarse más adecuadamente al nivel de temperatura de energías de caldeo y de refrigeración existentes.

- 20 Preferentemente, la corriente de cola de la primera columna de las dos columnas acopladas térmicamente se evapora parcial o completamente en un evaporador adicional y a continuación se alimenta a la segunda columna en dos fases o en forma de una corriente gaseosa y una corriente líquida.

- 25 En el procedimiento de acuerdo con la invención preferentemente la corriente de entrada (*feed*) a la columna/a las columnas se evapora previamente parcial o completamente y se alimenta a la(s) columna(s) en dos fases o en forma de una corriente gaseosa y una corriente líquida.

Las columnas de pared divisoria y columnas acopladas térmicamente pueden realizarse como columnas de empaquetamiento con cuerpos llenadores o empaquetamientos ordenados o como columnas de platos.

- 30 En el caso de la destilación pura de acuerdo con la invención de las alcanolaminas, que se hace funcionar preferentemente a vacío, se recomienda utilizar columnas de empaquetamiento. A este respecto son especialmente adecuados empaquetamientos de chapas ordenados con una superficie específica de 100 a 500 m²/m³, preferentemente de aproximadamente 250 a 350 m²/m³.

- 35 Es también objeto de la presente invención un dispositivo para la separación destilativa continua de una mezcla que contiene monoisopropanolamina (MIPOA), diisopropanolamina (DIPOA) y triisopropanolamina (TIPOA), caracterizado por una configuración e interconexión de columnas tal como se define y describe en lo anterior y en particular en el ejemplo expuesto más adelante.

- 40 En una configuración especial la invención se refiere a un dispositivo, adecuado para la separación de una mezcla que contiene monoisopropanolamina (MIPOA), diisopropanolamina (DIPOA) y triisopropanolamina (TIPOA), con una columna de destilación convencional (K 1), que presenta una entrada en la zona central, una salida de cabeza, que recircula preferentemente para la reacción de PO con amoniaco, una salida de cola, una alimentación de la salida de cola en la zona dividida longitudinalmente de una columna de pared divisoria (TK 2), que presenta una salida lateral para MIPOA en la zona dividida longitudinalmente, una salida de cabeza, que recircula preferentemente para la reacción de PO con amoniaco, una salida de cola, una alimentación de la salida de cola de TK 2 en la zona dividida longitudinalmente de una columna de pared divisoria (TK 3), que presenta una salida lateral para mezcla de DIPOA-sym/asym en la zona dividida longitudinalmente, una salida lateral para DIPOA-sym en la zona de columna superior
45 (1), una salida de cabeza y una salida de cola para TIPOA. Véase la figura 2.

Ejemplo

Las mediciones de APHA se realizaron de acuerdo con la norma DIN ISO 6271.

La determinación de contenidos de agua se realizó de manera convencional mediante valoración de Karl-Fischer.

- 50 La determinación de la pureza de alcanolaminas se realizó después de derivatización previa con anhídrido de ácido trifluoroacético por medio de cromatografía de gases tal como sigue:

IPOA: Columna: CP SIL 8 CB - 25 m - 0,32 mm - 5 µm FD

Todos los datos en ppm se refieren al peso (ppm en peso).

Separación de una mezcla que contiene las isopropanolaminas (IPOA) monoisopropanolamina (MIPOA), diisopropanolaminas (DIPOA_{sym} y DIPOA_{asym}) y triisopropanolamina (TIPOA)

Véase la figura 2.

5 En el circuito de mezclado (2,5 MPa, 40 °C) se mezclan NH₃ y agua y se alimentan junto con óxido de propileno (PO) al reactor de tubo (5,5 MPa, 110-140 °C). La síntesis catalizada con agua en la fase líquida de NH₃ con PO para dar IPOA discurre de manera exotérmica a lo largo de una serie de reacciones secuenciales irreversibles de NH₃ a través de MIPOA y DIPOA para dar TIPOA. El reactor de tubo está dividido en varias zonas de refrigeración y de caldeo. Para la evacuación del calor de reacción se enfría el reactor en la primera sección con agua y para el curso completo de la reacción (< 1 ppm de PO) hacia el extremo del tubo se mantiene mediante calentamiento a la temperatura de reacción. La reacción se hace funcionar habitualmente con un exceso molar de NH₃ entre 3 y 8, para conseguir de manera controlada la mezcla de producto deseada MIPOA/ DIPOA/TIPOA. En el circuito de mezclado se ajusta aproximadamente el 20 % en peso de agua. A partir de la mezcla de reacción se separan en la columna de presión K 1 (15 pisos de separación teóricos) agua y NH₃ en exceso a través de la cabeza a una presión de columna de 0,3 MPa y se recircula al recipiente de mezclado. La cola de la K 1 forma la entrada a la 1ª columna de pared divisoria TK 2 (50 pisos de separación teóricos). En la TK 2 se obtiene a 0,02 MPa de presión de cabeza MIPOA pura a través de una salida lateral líquida más allá de la pared divisoria y se recircula el agua restante a través de la cabeza. En la 2ª columna de pared divisoria TK 3 (60 pisos de separación teóricos) se destilan de forma pura simultáneamente a 1 kPa de presión de cabeza DIPOA_{sym} pura (sym = simétrica) a través de una salida lateral líquida en la parte de refuerzo sin pared divisoria, se obtiene una mezcla de DIPOA_{asym}/DIPOA_{asym} predeterminada (asym = asimétrica) a través de una salida lateral líquida más allá de la pared divisoria y se separa TIPOA pura a través de la cola de la TK 3. A través de la cabeza de la TK 3 se eliminan componentes secundarios (NK). Para garantizar las cualidades de color especificadas de las isopropanolaminas (IPOA), no deben superarse temperaturas de cola de 200 °C en las columnas K 1, TK 2 y TK 3.

Especificaciones:

25 MIPOA:

Pureza	> 99 % en peso
Diisopropanolamina:	< 0,1 % en peso
Agua:	< 0,15 % en peso
Índice de color:	< 20 APHA

30 DIPOA_{sym}:

Pureza:	> 99 % en peso
Diisopropanolamina asym:	< 0,1 % en peso
Agua:	< 0,1 % en peso
Índice de color:	< 40 APHA

35

Mezcla de DIPOA sym/asym:

Pureza:	> 99 % en peso
Monoisopropanolamina:	< 0,9 % en peso
Agua:	< 0,5 % en peso
Índice de color:	< 40 APHA

40

TIPOA:

Pureza:	> 97 % en peso
Diisopropanolamina:	< 0,5 % en peso
Agua:	< 0,5 % en peso
Índice de color:	< 150 APHA

45

Adicionalmente a la variación del exceso de NH₃, la mezcla de producto puede desplazarse también mediante recirculación controlada de DIPA en la dirección de TIPA (modo de proceder rico en TIPA).

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la separación destilativa continua de una mezcla que contiene monoisopropanolamina (MIPOA), diisopropanolamina (DIPOA) y triisopropanolamina (TIPOA), **caracterizado porque** en una columna de destilación convencional (K 1) se separan sustancias de bajo punto de ebullición a través de la cabeza y una mezcla que contiene las isopropanolaminas a través de la cola, procesándose adicionalmente esta última en una primera columna de pared divisoria (TK 2), en la que se separan MIPOA como corriente de extracción lateral de la zona dividida longitudinalmente y una mezcla que contiene DIPOA y TIPOA a través de la cola, procesándose adicionalmente esta última en una segunda columna de pared divisoria (TK 3), en la que se obtienen DIPOA como corriente de extracción lateral de la zona dividida longitudinalmente y TIPOA a través de la cola.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado porque** en el caso de la mezcla que contiene las alcanolaminas se trata de un producto obtenido mediante reacción de óxido de propileno (PO) con amoníaco y posterior separación parcial o completa de amoníaco sin reaccionar así como dado el caso agua.
3. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la presión de funcionamiento de la columnas se encuentra en el intervalo de 0,0001 a 0,5 MPa.
4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la columna de pared divisoria (TK) presenta en cada caso una pared divisoria (T) en la dirección longitudinal de la columna con la configuración de una zona de columna superior común (1), de una zona de columna inferior común (6), de una parte de entrada (2, 4) con parte de refuerzo (2) y parte de salida (4), así como de una parte de extracción (3, 5) con parte de refuerzo (5) y parte de salida (3), teniendo lugar la alimentación de la mezcla que va a separarse (*feed*) en la zona central de la parte de entrada (2, 4), la evacuación de la fracción de sustancias de alto punto de ebullición a través de la cola (salida de cola C), la evacuación de la fracción de sustancias de bajo punto de ebullición a través de la cabeza (salida de cabeza A) y la evacuación de la fracción de sustancias de punto de ebullición medio por la zona central de la parte de extracción (3, 5) (salida lateral B).
5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** las columnas de pared divisoria presentan en cada caso de 30 a 100 pisos de separación teóricos.
6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores 4 a 5, **caracterizado porque** en las columnas de pared divisoria (TK) en cada caso la suma del número de pisos de separación teóricos de las zonas parciales (2) y (4) en la parte de entrada asciende a del 80 al 110 % de la suma del número de pisos de separación de las zonas parciales (3) y (5) en la parte de extracción.
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 4 a 6, **caracterizado porque** la zona de columna superior común (1) de las columnas de pared divisoria (TK) para la separación de alcanolamina o alcanolaminas presenta del 5 al 50 %, la parte de refuerzo (2) de la parte de entrada (2, 4) de la columna de pared divisoria del 5 al 50 %, la parte de salida (4) de la parte de entrada de la columna de pared divisoria del 5 al 50 %, la parte de refuerzo (3) de la parte de extracción (3, 5) de la columna de pared divisoria del 5 al 50 %, la parte de salida (5) de la parte de extracción de la columna de pared divisoria del 5 al 50 %, y la zona inferior común (6) de la columna del 5 al 50 % del número total de los pisos de separación teóricos de la columna de pared divisoria.
8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 4 a 7, **caracterizado porque** el sitio de entrada y el sitio de salida lateral de las columnas de pared divisoria para la separación de alcanolamina(s) con respecto a la posición de los pisos de separación teóricos están dispuestos a diferente altura en la columna, diferenciándose el sitio de entrada en 1 a 20 pisos de separación teóricos del sitio de salida lateral.
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 4 a 8, **caracterizado porque** la zona parcial dividida por la pared divisoria (T) de las columnas de pared divisoria (TK) que se compone de las zonas parciales 2, 3, 4 y 5 o partes de las mismas está equipada con empaquetamientos o cuerpos llenadores ordenados y la pared divisoria en estas zonas parciales está realizada con aislamiento térmico.
10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la alcanolamina o las alcanolaminas se extrae(n) en el/los sitio(s) de salida lateral(es) en forma líquida.
11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado porque** la alcanolamina o las alcanolaminas se extrae(n) en el/los sitio(s) de salida lateral(es) en forma gaseosa.
12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 4 a 11, **caracterizado porque** la corriente de vapor en el extremo inferior de las paredes de separación (T) se ajusta mediante la elección y/o el dimensionamiento de las estructuras internas divisorias y/o la incorporación de dispositivos generadores de pérdidas de presión de modo que la relación de la corriente de vapor en la parte de entrada con respecto a la de la parte de extracción ascienda a de 0,8 a 1,2.
13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 4 a 12, **caracterizado porque** el líquido que sale de la zona superior común (1) de las columnas de pared divisoria se recoge en un espacio colector dispuesto en la

columna o fuera de la columna y se divide de manera controlada mediante un ajuste fijo o regulación en el extremo superior de la pared divisoria (T), de modo que la relación de la corriente de líquido hacia la parte de entrada con respecto a la corriente de líquido hacia la parte de extracción ascienda a de 0,1 a 2,0.

- 5 14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 4 a 13, **caracterizado porque** el líquido se transporta hacia la parte de entrada 2 a través de una bomba o se introduce con regulación cuantitativa a través de una altura de entrada estática de al menos 1 m y la regulación se ajusta de modo que la cantidad de líquido introducida en la parte de entrada no caiga por debajo del 30 % del valor normal.
- 10 15. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 4 a 14, **caracterizado porque** la división del líquido que sale de la zona parcial 3 en la parte de extracción de la columna de pared divisoria hacia la salida lateral y hacia la zona parcial 5 en la parte de extracción de la columna se ajusta mediante una regulación de modo que la cantidad de líquido introducida en la zona parcial 5 no caiga por debajo del 30 % del valor normal.
- 15 16. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la relación de división del líquido en el extremo superior de las paredes de separación (T) se ajusta de modo que la concentración de aquellos componentes de la fracción de sustancias de alto punto de ebullición, para las que ha de alcanzarse un valor límite determinado para la concentración en la salida lateral, en el líquido en el extremo superior de la pared divisoria constituye del 5 al 75 % del valor que ha de alcanzarse en el producto de salida lateral, y la división de líquido se ajusta en el sentido de que en el caso de mayores contenidos en componentes de la fracción de sustancias de alto punto de ebullición se conduce más líquido hacia la parte de entrada y en el caso de menores contenidos en componentes de la fracción de sustancias de alto punto de ebullición se conduce menos líquido hacia la parte de entrada.
- 20 17. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la potencia de caldeo en el evaporador se ajusta de modo que la concentración de aquellos componentes de la fracción de sustancias de bajo punto de ebullición, para los que ha de alcanzarse un valor límite determinado para la concentración en la salida lateral, en el extremo inferior de las paredes de separación (T) se ajusta de modo que la concentración de componentes de la fracción de sustancias de bajo punto de ebullición en el líquido en el extremo inferior de la pared divisoria constituya del 10 al 99 % del valor que ha de alcanzarse en el producto de salida lateral, y la potencia de caldeo se ajusta en el sentido de que en el caso de un mayor contenido en componentes de la fracción de sustancias de bajo punto de ebullición se aumenta la potencia de caldeo y en el caso de un menor contenido en componentes de la fracción de sustancias de bajo punto de ebullición se reduce la potencia de caldeo.
- 25 18. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 4 a 17, **caracterizado porque** la extracción de destilado se realiza con regulación de la temperatura y como temperatura de regulación se usa un sitio de medición en la zona parcial 1 de la columna que está dispuesta de 2 a 20 pisos de separación teóricos por debajo del extremo superior de la columna de pared divisoria.
- 30 19. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 4 a 18, **caracterizado porque** la extracción del producto de cola se realiza con regulación de la temperatura y como temperatura de regulación se usa un sitio de medición en la zona parcial 6 de la columna de pared divisoria que está dispuesto de 2 a 20 pisos de separación teóricos por encima del extremo inferior de la columna de pared divisoria.
- 35 20. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la extracción de la alcanolamina en la salida lateral se realiza con control de nivel y como magnitud de regulación se usa el nivel de líquido en el evaporador.
- 40 21. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** las paredes divisorias no están soldadas en las columnas, sino que están configuradas en forma de segmentos parciales insertados de manera desmontable y obturados adecuadamente.
- 45 22. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** en lugar de una columna de pared divisoria se usa una interconexión de dos columnas de destilación en forma de un acoplamiento térmico.
23. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación anterior, **caracterizado porque** ambas columnas de destilación acopladas térmicamente están dotadas respectivamente de un evaporador y un condensador propios.
- 50 24. Procedimiento de acuerdo con una de las dos reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** las dos columnas acopladas térmicamente se hacen funcionar a diferentes presiones y en las corrientes de conexión entre las dos columnas se transportan sólo líquidos.
25. Procedimiento de acuerdo con una de las tres reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la corriente de cola de la primera columna se evapora parcial o completamente en un evaporador adicional y a continuación se alimenta a la segunda columna en dos fases o en forma de una corriente gaseosa y una corriente líquida.
- 55 26. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones anteriores, **caracterizado porque** la corriente de

entrada (*feed*) a la columna/a las columnas se evapora previamente parcial o completamente y se alimenta a la/a las columna(s) en dos fases o en forma de una corriente gaseosa y una corriente líquida.

- 5 27. Dispositivo, adecuado para la separación destilativa continua de una mezcla que contiene monoisopropanolamina (MIPOA), diisopropanolamina (DIPOA) y triisopropanolamina (TIPOA), que comprende una columna de destilación convencional (K 1), que presenta una entrada en la zona central, una salida de cabeza, una salida de cola, una alimentación de la salida de cola en la zona dividida longitudinalmente de una columna de pared divisoria (TK 2), que presenta una salida lateral para MIPOA en la zona dividida longitudinalmente, una salida de cabeza, una salida de cola, una alimentación de la salida de cola de TK 2 en la zona dividida longitudinalmente de una columna de pared divisoria (TK 3), que presenta una salida lateral para mezcla de DIPOA-sym/asym en la zona dividida longitudinalmente, una salida lateral para DIPOA-sym en la zona de columna superior (1), una salida de cabeza y una salida de cola para TIPOA.
- 10

Figura 1

Representación esquemática de una columna de pared divisoria

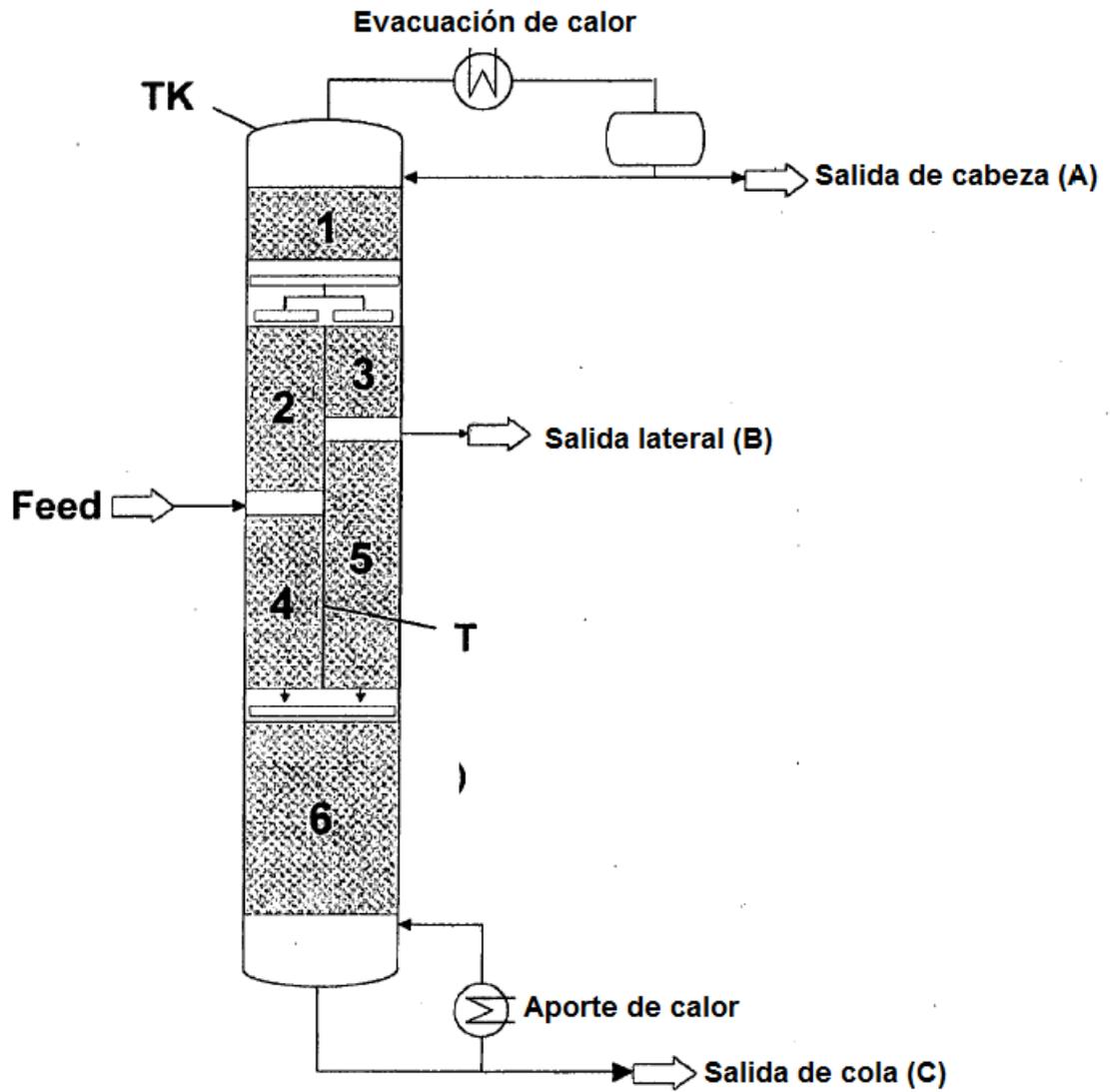


Figura 1a

Representación esquemática de una columna de pared divisoria con 2 salidas laterales en la zona de pared divisoria

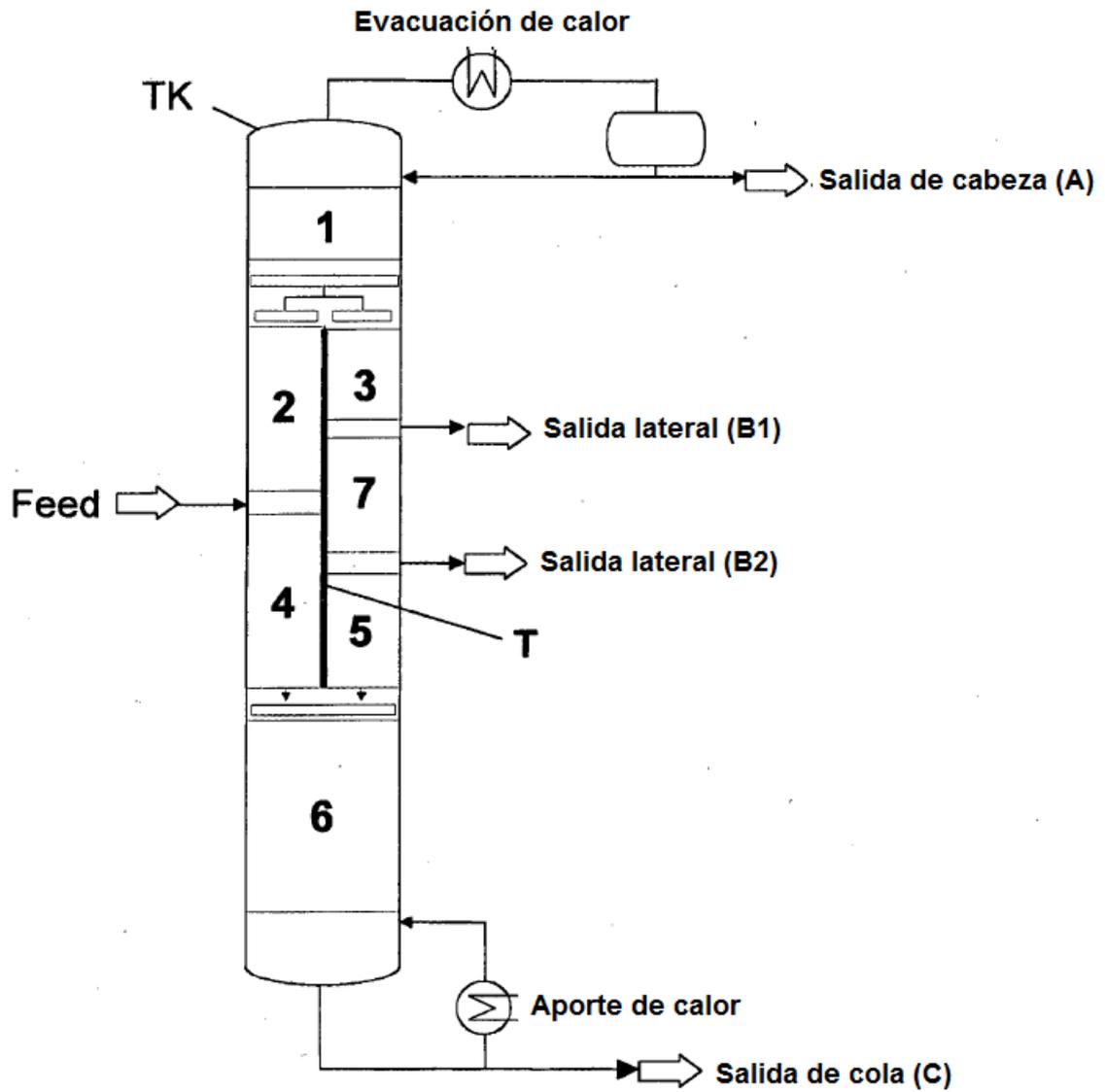


Figura 1b

Columnas de pared divisoria con pared divisoria continua hasta el extremo superior o inferior de la columna

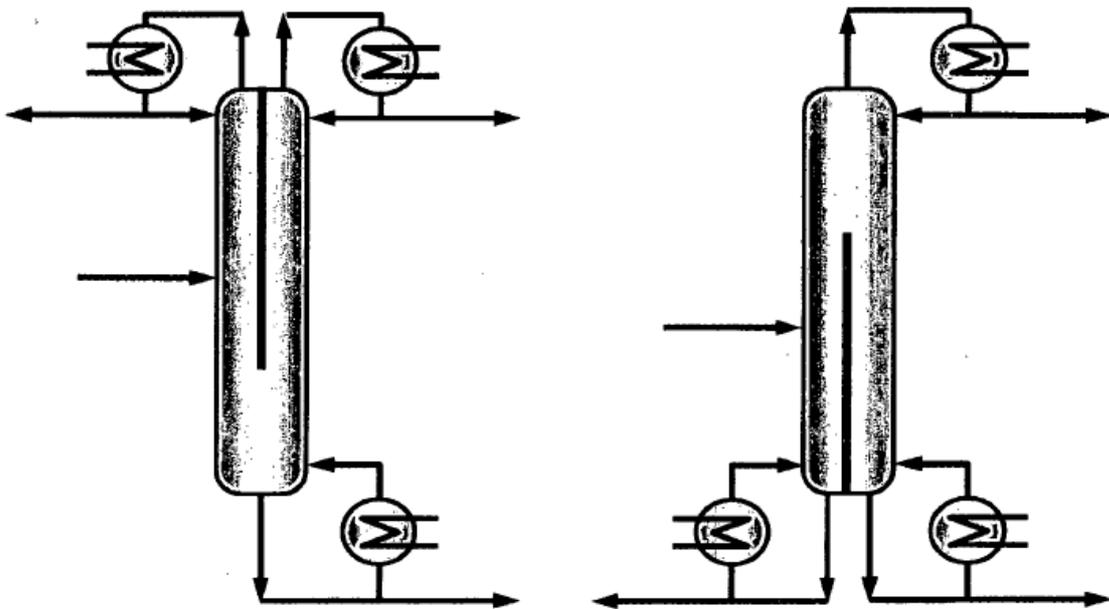


Figura 2

