

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 556 604**

51 Int. Cl.:

C07C 1/24 (2006.01)

C07C 11/04 (2006.01)

C07C 7/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.07.2012 E 12748723 (9)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.09.2015 EP 2734490**

54 Título: **Método de deshidratación de etanol en etileno con bajo consumo energético**

30 Prioridad:

21.07.2011 FR 1102274

08.08.2011 FR 1102482

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

19.01.2016

73 Titular/es:

IFP ÉNERGIES NOUVELLES (50.0%)

1 & 4, avenue de Bois-Préau

92852 Rueil-Malmaison Cedex, FR y

TOTAL RESEARCH & TECHNOLOGY FELUY

(50.0%)

72 Inventor/es:

COUPARD, VINCENT;

TOUCHAIS, NATACHA;

FLEURIER, STÉPHANIE;

GONZALEZ PENAS, HELENA;

VERMEIREN, WALTER;

MINOUX, DELPHINE;

DE SMEDT, PHILIP y

ADAM, CINDY

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 556 604 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

Método de deshidratación de etanol en etileno con bajo consumo energético

5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a un método de transformación de etanol en etileno y en particular a un método de deshidratación de etanol.

10 Estado de la técnica anterior

15 La reacción de deshidratación de etanol en etileno se conoce y se examina desde el final del siglo XIX. Se sabe que esta reacción es muy endotérmica, equilibrada y se desplaza hacia el etileno a temperatura elevada. El descenso de la temperatura que corresponde a la conversión total del etanol puro es de 380 °C. El catalizador de referencia usado a menudo es un catalizador monofuncional ácido. El catalizador más mencionado es la gamma alúmina. "The Deshydration of Alcohols over Alumina. I: The reaction scheme", H. Knözinger, R. Köhne, Journal of Catalysis (1966), 5, 264-270 se considera como la publicación de base con respecto a los trabajos de deshidratación de los alcoholes incluyendo el etanol. Las zeolitas también se usan para esta aplicación, y en particular la ZSM5 desde la década de 1980, como por ejemplo en "Reactions of ethanol over ZSM-5", S.N. Chaudhuri & al., Journal of Molecular Catalysis 62: 289-295 (1990).

20 El documento de patente US 4.232.179 describe un método de deshidratación de etanol en etileno en el que el calor necesario para la reacción se aporta, mediante la introducción en el reactor, de un fluido de transferencia de calor en mezcla con la carga. El fluido de transferencia de calor es o bien el vapor de agua que proviene de una fuente externa, o bien un flujo externo que proviene del método, o bien el reciclado de una parte del efluente del reactor de deshidratación, es decir, el producto de etileno. La introducción de la mezcla de la carga con dicho fluido de transferencia de calor permite proporcionar el calor necesario para el mantenimiento de la temperatura del lecho catalítico a un nivel compatible con los niveles de conversión deseados. En el caso en el que fluido de transferencia de calor es el efluente del reactor de deshidratación, es necesario un compresor de reciclaje de dicho efluente. Por lo tanto, el reciclaje del etileno producido por la reacción es un inconveniente ya que la introducción de etileno modifica el equilibrio de la reacción de deshidratación. Además, el etileno participa en las reacciones secundarias de oligomerización, transferencia de hidrógeno y desproporción de las olefinas que son reacciones de orden superior a 0 con respecto a su reactivo. El aumento de la concentración de etileno desde el principio de la reacción multiplica la formación de productos secundarios. Por lo tanto, la pérdida de etileno es más importante, lo que se traduce en una disminución de la selectividad.

25 La solicitud de patente WO 2007/134415 A2 describe un método de deshidratación de etanol en etileno mejorado con respecto al del documento de patente US 4 232 179 que permite un gasto de inversión reducido, gracias a un número de equipos reducidos y un coste de funcionamiento reducido, gracias al no uso de vapor de agua externo al método. En este método, al menos una parte del efluente del reactor de deshidratación (mezcla de etileno producido y vapor de agua) y el vapor de agua sobrecalentado obtenido a partir del agua producido por la deshidratación de etanol y condensado en el reactor, se usan como fluido de transferencia de calor y entran en el reactor de deshidratación en mezcla con el etanol. Además, dicha solicitud de patente no dice nada sobre la condición de presión a respetar entre la carga de etanol y el efluente con el fin de maximizar el intercambio de calor. El documento de patente WO2011/002699 divulga un método de deshidratación de una carga de etanol en etileno que comprende la vaporización de una mezcla de etanol y agua y la reacción de esta mezcla en un reactor adiabático.

30 El documento de patente US 4.396.789 también describe un método de deshidratación de etanol en etileno en el que el etanol y el vapor de agua que actúan como fluido de transferencia de calor se introducen en el primer reactor a una temperatura comprendida entre 400 y 520 °C y a una presión elevada comprendida entre 20 y 40 atm, de modo que el efluente producido por la reacción de deshidratación se retira del último reactor a una presión al menos superior a 18 atm, pudiendo experimentar dicho producto de reacción, es decir, el etileno, después de refrigeración, la etapa de destilación criogénica final sin etapa de compresión intermedia. Dicho método también se caracteriza por un intercambio de calor de entre dicho producto de la reacción de deshidratación y la carga introducida en el primer reactor, usándose dicho producto de reacción para vaporizar la carga que entra en el primer reactor. El etanol que no reacciona, al menos una parte del agua formada en el transcurso de las relaciones del método y el agua añadida para el lavado final de los gases se reciclan para asegurar la conversión completa del etanol.

35 Un objetivo de la invención es proporcionar un método de deshidratación de etanol en etileno en el que la carga se introduce en la etapa a) de vaporización de la carga a baja presión, inferior a la presión de reacción, de modo que dicho método no necesita ningún fluido de transferencia de calor externo al método. En particular, la carga se introduce en la etapa a) de vaporización de la carga a una presión inferior a la presión del efluente a la salida del último reactor con el fin de maximizar el intercambio de calor entre la carga y el efluente obtenido en el último reactor, es decir, para intercambiar la totalidad de la entalpía de vaporización de la carga y la entalpía de condensación de dicho efluente.

Otro objetivo de la invención es proporcionar un método de deshidratación de etanol en etileno de pureza elevada, permitiendo dicho método aumentar la selectividad hacia el etileno con un consumo específico por tonelada de etileno producida, reducida de forma significativa con respecto a otros métodos de la técnica anterior.

5 Sumario e interés de la invención

La invención describe un método de deshidratación de una carga de etanol en etileno que comprende:

- 10 a) la vaporización de dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) en un intercambiador gracias a un intercambio de calor con el efluente obtenido en el último reactor, siendo introducida dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte de dicho flujo de agua purificada en dicha etapa de vaporización a una presión comprendida entre 0,1 y 0,4 MPa,
- 15 b) la compresión de dicha carga vaporizada en un compresor,
- c) la introducción de dicha carga vaporizada y comprimida, a una temperatura de entrada comprendida entre 350 y 500 °C y la una presión de entrada comprendida entre 0,2 y 1,3 MPa, en al menos un reactor adiabático que contiene al menos un catalizador de deshidratación y en el que se produce la reacción de deshidratación,
- 20 d) la separación del efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c) en un efluente que comprende etileno a una presión inferior a 1 MPa y un efluente que comprende agua,
- e) la purificación de al menos una parte del efluente que comprende agua obtenido en la etapa d) y la separación de al menos un flujo de agua purificada y al menos un flujo de etanol no convertido,
- 25 f) el reciclaje de al menos una parte del flujo de agua purificada obtenido en la etapa e) corriente arriba de la etapa a).

25 La presente invención presenta la ventaja, con respecto a los métodos de la técnica anterior, de maximizar el intercambio de calor entre la carga y el efluente obtenido en el último reactor, es decir, intercambiar toda la entalpía de vaporización de la carga y la mayor parte de la entalpía de condensación de dicho efluente gracias a la introducción de la carga en la etapa a) de vaporización a una presión inferior a la presión del efluente a la salida del último reactor.

30 Descripción de la invención

La carga de etanol tratada en el método de acuerdo con la invención se obtiene opcionalmente con un método de síntesis de alcohol a partir de recursos fósiles tales como por ejemplo a partir de carbón, gas natural o desechos que contienen carbono.

35 De forma ventajosa, dicha carga también puede provenir de fuentes no fósiles. Preferentemente, la carga de etanol tratada en el método de acuerdo con la invención es una carga de etanol producida a partir de fuente renovable obtenida en biomasa y a menudo se denomina "bioetanol". Dicha carga de etanol es una carga producida por vía biológica, preferentemente por fermentación de azúcares obtenidos, por ejemplo, a partir de cultivos de plantas azucareras como la caña de azúcar (sacarosa, glucosa, fructosa y azúcar común), remolacha es, o incluso plantas amiláceas (almidón) o biomasa lignocelulósica o celulosa hidrolizada (glucosa principalmente y xilosa, galactosa), que contienen cantidades variables de agua.

45 Dicha carga se obtiene de forma ventajosa por fermentación a partir de tres fuentes: 1) azúcar de caña o la remolacha, 2) almidón presente en los cereales y los tubérculos y 3) celulosa y hemicelulosa presentes en maderas, hierbas y otras biomásas lignocelulósicas, almidón, celulosa y hemicelulosa debiendo hidrolizarse en azúcares antes de experimentar una etapa de fermentación.

50 Para una descripción más completa de métodos de fermentación clásicos, se puede hacer referencia a la publicación 'Les Biocarburants, Etat des lieux, perspectives et enjeux du développement, Daniel Ballerini, Editions Technip'.

55 Dicha carga también se puede obtener de forma ventajosa por fermentación de gas de síntesis. Dicha carga también se puede obtener de forma ventajosa por hidrogenación de los ácidos o ésteres correspondientes. En este caso, el ácido acético o los ésteres acéticos se hidrogenan de forma ventajosa con la ayuda de hidrógeno en etanol. El ácido acético se puede obtener de forma ventajosa por carbonilación del metanol o por fermentación de carbohidratos. Preferentemente, la carga de etanol tratada en el método de acuerdo con la invención es una carga de etanol producida a partir de fuente renovable obtenida en biomasa.

60 La carga de etanol usada de acuerdo con la invención es de forma ventajosa una carga de etanol hidratada concentrada. Por carga de etanol hidratada concentrada se hace referencia a una carga de etanol que comprende un porcentaje de masa de etanol superior o igual a un 35 % en peso. Preferentemente, dicha carga de etanol concentrada comprende un porcentaje de masa de etanol comprendido entre un 35 un 99,9 % en peso. De manera preferente, dicha carga de etanol concentrada comprende un porcentaje de masa de etanol comprendido entre un 35 y un 96 % en peso. Dicha carga de etanol concentrada también comprende de forma ventajosa, además de agua, un contenido de alcoholes distintos del etanol, tales como por ejemplo metanol, butanol y/o isopentanol inferior a un

10 % en peso, y preferentemente inferior a un 5% en peso, un contenido de compuestos oxigenados distintos de los alcoholes tales como por ejemplo éteres, ácidos, cetonas, aldehídos y/o ésteres de forma ventajosa inferior a un 1 % en peso y un contenido de nitrógeno y azufre, orgánico y mineral, de forma ventajosa inferior a un 0,5 % en peso, expresándose los porcentajes de peso con respecto a la masa total de dicha carga

5 La carga de etanol usada de acuerdo con la invención experimenta de forma ventajosa una etapa de tratamiento previo antes de la etapa a) de vaporización de dicha carga. Dicha etapa de tratamiento previo permite eliminar las impurezas contenidas en dicha carga con el fin de limitar la desactivación del catalizador de deshidratación colocado corriente abajo, y en particular los compuestos que contienen nitrógeno y los contextos que contienen azufre. Los compuestos oxigenados presentes en dicha carga no se eliminan sustancialmente.

15 Dicha etapa de tratamiento previo se realiza de forma ventajosa con medios conocidos por el experto en la materia, tales como, por ejemplo, el uso de al menos una resina, mediante la adsorción de impurezas sobre sólidos preferentemente a una temperatura comprendida entre 20 y 60 °C, mediante una secuencia que comprende una primera etapa de hidrogenólisis que se realiza a una temperatura comprendida entre 20 y 80 °C, seguida de una etapa de captación sobre sólido ácido a una temperatura comprendida entre 20 y 80 °C y/o mediante destilación. En el caso del uso de al menos una resina, dicha resina es preferentemente ácida y se usa a temperatura elevada comprendida entre 70 y 200 °C. Dicha resina puede ir precedida opcionalmente por una resina básica.

20 En el caso en el que la etapa de tratamiento previo se realiza mediante la adsorción de impurezas sobre sólidos, dicho sólido se eligen de forma ventajosa entre tamices moleculares, carbón activo, alúmina y zeolitas.

25 Dicha etapa de tratamiento previo de la carga de etanol permite producir un corte purificado de etanol en el que las impurezas orgánicas se han eliminado, con el fin de obtener una carga política que responde al nivel de impurezas compatibles con el catalizador de deshidratación.

Etapa a)

30 De acuerdo con la invención, el método de deshidratación comprende una etapa a) de vaporización de dicha carga de etanol, de forma opcional tratada previamente, en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f), en un intercambiador gracias a un intercambio de calor con el efluente obtenido en el último reactor adiabático, dicha carga de etanol, en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f), siendo introducida en dicha etapa de vaporización a una presión comprendida entre 0,1 y 0,4 MPa.

35 Preferentemente, también se introduce al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e) de purificación del efluente que comprende agua, en mezcla con dicha carga de etanol, de forma opcional tratada previamente, y en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f), en el intercambiador de la etapa a) de vaporización.

40 Preferentemente, dicha carga de etanol se mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e) de purificación del efluente que comprende agua, después de la etapa de tratamiento previo de dicha carga de etanol.

45 Preferentemente, dicha carga de etanol, en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), se introduce en dicha etapa a) de vaporización a una presión inferior a la presión del efluente a la salida del último reactor.

50 Un criterio esencial de la presente invención es el ajuste de la presión corriente arriba de la etapa a) de vaporización de dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), con el fin de maximizar el intercambio de calor entre la mezcla de dicha carga y diferentes flujos y el efluente obtenido en el último reactor adiabático. La introducción de dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), en la etapa a) de vaporización a este nivel de presión específica comprendida entre 0,1 et 0,4 MPa, inferior a la presión del efluente a la salida del último reactor, permite beneficiarse de una temperatura de vaporización de la mezcla de carga inferior a la temperatura de condensación del efluente obtenido en el último reactor adiabático. Por lo tanto, la mayor parte del calor latente de la fase acuosa del efluente obtenido en el último reactor adiabático se recupera para vaporizar dicha mezcla de dicha carga y diferentes flujos, sin aporte de calor externo. Por lo tanto, la totalidad de la entalpía de vaporización de dicha mezcla de dicha carga y diferentes flujos se intercambia con la entalpía de condensación de dicho efluente.

65 La presión de dicha carga de etanol, en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), al nivel de su vaporización se elige de forma ventajosa de modo que la diferencia de temperatura

entre el efluente obtenido en el último reactor adiabático que se condensa y dicha mezcla de carga que se evapora sea siempre al menos superior a 2 °C, y preferentemente al menos superior a 3 °C.

Etapa b)

5 De acuerdo con la invención, dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), vaporizada, experimenta una compresión en un compresor. La etapa b) de compresión se realiza de forma ventajosa en cualquier tipo de compresor conocido por el experto en la materia. En particular, la etapa b) de compresión se realiza de forma ventajosa en un compresor de tipo compresor radial con multiplicador integrado o en un compresor que comprende uno o varios aparatos de soplado con una rueda radial puestas en serie sin refrigeración intermedia. La etapa b) de compresión de dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), vaporizada, permite evitar el aporte de fluido de transferencia de calor externo al método para asegurar la vaporización de dicha mezcla de dicha carga y diferentes flujos. Por lo tanto, sólo se usan los flujos obtenidos en el método. Por lo tanto, la etapa b) de compresión permite realizar una bomba de calor integrada en dicho método, que usa los flujos obtenidos del método, y que no hace intervenir fluido de transferencia de calor externo.

20 La combinación de las condiciones de funcionamiento específicas de la etapa a) y de la etapa b) permite recuperar la mayor parte del calor latente de la fase acuosa del efluente obtenido en el último reactor adiabático para vaporizar la carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), sin aporte de calor externo, es decir, intercambiar toda la entalpía de vaporización de dicha mezcla de dicha carga y diferentes flujos y la mayor parte de la entalpía de condensación de dicho efluente.

30 La presión de dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), vaporizada al final de la etapa b) de compresión, está comprendida de forma ventajosa entre 0,2 y 1,3 MPa. La presión de salida de dicha mezcla de dicha carga y diferentes flujos es suficiente para realizar la condición de temperatura necesaria para el intercambio de la etapa a): en la etapa a), la temperatura de vaporización de dicha mezcla de dicha carga y diferentes flujos debe ser inferior a la temperatura de condensación del efluente obtenido en el último reactor.

35 Dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), vaporizada y comprimida, obtenida en la etapa b) de compresión se calienta opcionalmente en un intercambiador de tipo gas monofásico, gracias a un intercambio de calor con el efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c). En dicho intercambiador de tipo gas monofásico, dicha mezcla de dicha carga y diferentes flujos, vaporizada y comprimida se sobrecalienta y el efluente obtenido, en estado gaseoso, del último reactor adiabático de la etapa c) se "dese sobrecalienta" sin condensación.

45 Dicha mezcla de dicha carga y diferentes flujos se sobrecalienta de forma ventajosa a una temperatura comprendida entre 250 y 375 °C y comprendida preferentemente entre 280 y 360 °C. Al final de dicho intercambiador de tipo gas monofásico, el efluente obtenido, en estado gaseoso, en el último reactor adiabático de la etapa c) presenta de forma ventajosa una temperatura comprendida entre 180 y 220 °C.

50 Por lo tanto, el uso de diferentes intercambiadores, de tipo gas monofásico y vaporizador de gas/líquido, y la vaporización, a una presión inferior a la presión del efluente a la salida del último reactor, de dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), permite la condensación de al menos un 80 % de los vapores de agua presentes en el efluente obtenido en el último reactor.

55 Dicha mezcla de carga, vaporizada, comprimida y opcionalmente calentada en dicho intercambiador de tipo gas monofásico se introduce a continuación de forma ventajosa en un horno con el fin de llevarla a una temperatura de entrada en al menos un reactor adiabático compatible con la temperatura de la reacción de deshidratación.

Etapa c)

60 De acuerdo con la invención, dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), vaporizada y comprimida, y opcionalmente calentada, se introduce a una temperatura de entrada comprendida entre 350 et 500 °C y a una presión de entrada comprendida entre 0,2 y 1,3 MPa en al menos un reactor adiabático que contiene al menos un lecho fijo de catalizador de deshidratación y en el que se produce la reacción de deshidratación.

El efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c) presenta de forma ventajosa, a la salida del último reactor adiabático de la etapa c) una temperatura comprendida entre 270 y 420 °C y preferentemente comprendida entre 300 y 410 °C.

- 5 El efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c) presenta de forma ventajosa, a la salida del último reactor adiabático de la etapa c) una presión comprendida entre 0,1 y 1,1 MPa.

La etapa c) en la que se produce la reacción de deshidratación se realiza de forma ventajosa en uno o dos reactores.

- 10 En el caso en el que la etapa c) se realiza en un reactor adiabático, dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), vaporizada y comprimida, y opcionalmente calentada, se introduce de forma ventajosa en dicho reactor a una temperatura de entrada comprendida entre 400 y 15 500 °C y a una presión de entrada comprendida entre 0,2 y 1,2 MPa. El efluente obtenido en dicho reactor adiabático presenta de forma ventajosa una temperatura comprendida entre 300 y 400 °C y una presión de salida comprendida de forma ventajosa entre 0,1 y 1,1 MPa.

- 20 En el caso en el que la etapa c) se realiza en dos reactores adiabáticos, dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), vaporizada y comprimida, y opcionalmente calentada, se introduce de forma ventajosa en el primer reactor a una temperatura de entrada comprendida entre 350 y 450 °C y preferentemente a una temperatura comprendida entre 370 y 420 °C, y a una presión de entrada comprendida entre 0,3 y 1,3 MPa y comprendida preferentemente entre 0,4 y 0,8 MPa.

- 25 Efluente obtenido en el primer reactor adiabático sale de forma ventajosa de dicho primer reactor a una temperatura comprendida entre 290 y 390 °C y a una presión comprendida entre 0,2 y 1,2 MPa.

- 30 Dicho efluente se introduce a continuación de forma ventajosa en un horno con el fin de que la temperatura de entrada de dicho efluente en el segundo reactor adiabático esté comprendida entre 350 y 450 °C y preferentemente entre 370 y 430 °C. Dicho efluente presenta una presión de entrada en dicho segundo reactor comprendida de forma ventajosa entre 0,2 y 1,2 MPa y preferentemente entre 0,3 y 0,7 MPa. El efluente obtenido en el segundo reactor adiabático sale de dicho segundo reactor adiabático a una temperatura comprendida de forma ventajosa entre 310 y 35 410 °C. La presión de salida de dicho efluente obtenido en el segundo reactor adiabático está comprendida de forma ventajosa entre 0,1 y 1,1 MPa.

De forma ventajosa, la temperatura de entrada del o de los reactores se puede aumentar gradualmente para evitar la desactivación del catalizador de deshidratación.

- 40 La reacción de deshidratación que se produce en al menos un reactor adiabático de la etapa c) del método de acuerdo con la invención evoluciona de forma ventajosa a una velocidad ponderal por hora comprendida entre 0,1 y 20 h⁻¹ y preferentemente entre 0,5 y 15 h⁻¹. La velocidad ponderal por hora se define como la relación del caudal másico de la carga de etanol puro con respecto a la masa de catalizador.

- 45 El catalizador de deshidratación usado en la etapa c) es un catalizador conocido por el experto en la materia. Dicho catalizador es preferentemente un catalizador ácido amorfo o un catalizador ácido zeolítico.

- 50 En el caso en el que el catalizador de deshidratación usado en la etapa c) es un catalizador zeolítico, dicho catalizador comprende al menos una zeolita elegida entre las zeolitas que tienen al menos aberturas de poros que contienen 8, 10 o 12 átomos de oxígeno (8 MR, 10MR o 12 MR). De hecho se sabe definir el tamaño de los poros de las zeolitas por el número de átomos de oxígeno que forman la sección anular de los canales de las zeolitas, denominados "member ring" o MR en inglés. De manera preferente, dicho catalizador de deshidratación zeolítico comprende al menos una zeolita que presenta un tipo estructural elegido entre los tipos estructurales MFI, MEL, FAU, MOR, FER, SAPO, TON, CHA, EUO et BEA. Preferentemente, dicho catalizador de deshidratación zeolítico 55 comprende una zeolita de tipo estructural MFI y de manera preferente una zeolita ZSM-5.

- La zeolita usada en el catalizador de deshidratación usado en la etapa c) del método de acuerdo con la invención se puede modificar de forma ventajosa por desaluminación o desilicación de acuerdo con cualquier método de desaluminación o desilicación conocido por el experto en la materia.

- 60 La zeolita usada en el catalizador de deshidratación usado en la etapa c) del método de acuerdo con la invención o el catalizador final se puede modificar de forma ventajosa con un agente de naturaleza para atenuar su acidez total y para mejorar sus propiedades de resistencia hidrotérmica. Preferentemente, dicha zeolita o dicho catalizador comprenden de forma ventajosa fósforo, preferentemente añadido en forma de H₃PO₄ seguido de un tratamiento con vapor después de neutralización del exceso de ácido con un precursor básico tal como por ejemplo sodio, Na, o 65

calcio, Ca. De manera preferente, dicha zeolita comprende un contenido de fósforo comprendido entre un 2,5 y un 4,5 % en peso con respecto a la masa total del catalizador.

5 Preferentemente, el catalizador de deshidratación usado en la etapa c) del método de acuerdo con la invención es el catalizador descrito en las solicitudes de patente WO/2009/098262, WO/2009/098267, WO/2009/098268 o WO/2009/098269.

10 En el caso en el que el catalizador de deshidratación usado en la etapa c) es un catalizador ácido amorfo, dicho catalizador comprende al menos un óxido refractario poroso elegido entre alúmina, alúmina activada con un depósito de ácido mineral y silico alúmina.

15 Dicho catalizador de deshidratación amorfo o zeolítico usado en la etapa c) del método de acuerdo con la invención también puede comprender de forma ventajosa al menos una matriz de tipo óxido denominada normalmente aglutinante. De acuerdo con la invención, por matriz se entiende una matriz amorfa o mal cristalizada. Dicha matriz se elige ventajosamente entre los elementos del grupo formado por las arcillas (tales como por ejemplo entre las arcillas naturales tales como caolín o bentonita), magnesia, alúminas, sílices, silico-alúminas, aluminatos, óxido de titanio, óxido de boro, zirconia, fosfatos de aluminio, fosfatos de titanio, fosfatos de circonio, y carbón. Preferentemente dicha matriz se elige entre los elementos del grupo formado por alúminas, sílices y arcillas.

20 Dicho catalizador de deshidratación usado en la etapa c) del método de acuerdo con la invención de forma ventajosa se conforma en forma de granos de diferentes formas y dimensiones. Este se usa de forma ventajosa en forma de extruidos cilíndricos o polilobulados tales como bilobulados, trilobulados, polilobulados de forma recta o torcida, pero se puede fabricar y usar opcionalmente en forma de polvo molido, tabletas, anillos, bolas, ruedas, esferas. Preferentemente, dicho catalizador está en forma de extruido.

25 Dicho catalizador de deshidratación usado en la etapa c) del método de acuerdo con la invención se usa de forma ventajosa en al menos un reactor, de lecho fijo o de lecho móvil.

30 En la etapa c) del método de acuerdo con la invención, los catalizadores usados y las condiciones de funcionamiento se eligen con el fin de maximizar la producción de etileno. La reacción global de deshidratación usada en la etapa c) del método de acuerdo con la invención es la siguiente:



35 La conversión de la carga de etanol en la etapa c) es de forma ventajosa superior a un 90 %, preferentemente un 95 % y de manera preferente superior a un 99 %.

40 La conversión de la carga de etanol se define como en porcentaje, con la siguiente fórmula: $[1 - (\text{masa por hora de etanol a la salida}/\text{masa por hora de etanol a la entrada})] \times 100$.

La masa por hora de etanol a la entrada y una salida se mide de manera clásica mediante cromatografía en fase gaseosa de la fase acuosa.

45 La etapa c) en la que se produce la reacción de deshidratación se realiza de forma ventajosa en uno o dos reactores. Un reactor preferente es un reactor radial que funciona en modo ascendente o descendente. Durante la etapa c) del método de acuerdo con la invención, la transformación de la carga va acompañada de la desactivación del catalizador de deshidratación mediante formación de coque y/o mediante adsorción de compuestos inhibidores. Por lo tanto, el catalizador de deshidratación debe experimentar de forma periódica una etapa de regeneración. Preferentemente, el reactor se usa en un modo de regeneración alterno, también denominado reactor de oscilación, con el fin de alternar las fases de reacción y de regeneración de dicho catalizador de deshidratación. El objetivo de este tratamiento de refinación es quemar los depósitos orgánicos así como las especies que contienen nitrógeno y azufre, contenidas en la superficie y en el seno de dicho catalizador de deshidratación.

50 La regeneración del catalizador de deshidratación usado en dicha etapa c) se realiza de forma ventajosa mediante oxidación del coque y de los compuestos inhibidores con flujo de aire o con una mezcla de aire/nitrógeno, usando por ejemplo una recirculación de aire de combustión con o sin agua con el fin de diluir el oxígeno y controlar la exotermia de regeneración. En este caso, de forma ventajosa se puede ajustar el contenido de oxígeno a la entrada del reactor con una cantidad exacta de aire. La regeneración se produce a presión entre la presión atmosférica (0 bares relativos) y la presión de reacción. La temperatura de regeneración se elige de forma ventajosa entre 400 y 600 °C; ésta puede variar en el transcurso de la regeneración. El final de la regeneración se detecta cuando ya no hay más consumo de oxígeno, signo de una combustión total del coque.

55 Preferentemente, el efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c) no se recicla corriente arriba de la etapa c), en al menos un reactor adiabático.

65

El efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c) se envía opcionalmente a un intercambiador de tipo gas monofásico en el que se "deseccionaliza" sin condensación mediante intercambio de calor con la carga vaporizada y comprimida obtenida en la etapa b), en la que se recalienta. De forma ventajosa, dicho efluente "deseccionalizado" se envía a continuación a un segundo intercambiador de tipo gas/líquido en el que se condensa parcialmente mediante un intercambio de calor que sirve para vaporizar la carga.

Etapa d)

De acuerdo con la invención, el efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c) experimenta una etapa de separación d) en un efluente que comprende etileno a una presión inferior a 1 MPa y un efluente que comprende agua.

La etapa d) de separación de dicho efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c) se puede realizar de forma ventajosa con cualquier método conocido por el experto en la materia tal como por ejemplo mediante una zona de separación de gas/líquido, y preferentemente una columna de separación de gas/líquido.

El efluente que comprende etileno a una presión inferior a 1 MPa a continuación experimenta de forma ventajosa una compresión. Dicha compresión permite aumentar la presión de dicho efluente a una presión comprendida de forma ventajosa entre 2 y 4 MPa necesaria para su purificación final.

Preferentemente, el efluente que comprende etileno separado al final de la etapa d) no se recicla en al menos un reactor adiabático de la etapa c). El no reciclado del etileno separado al final de la etapa d) en al menos un reactor adiabático de la etapa c) no altera la selectividad hacia el etileno del método de acuerdo con la invención.

Al menos una parte del efluente que comprende agua obtenido en la etapa d) se recicla opcionalmente en la etapa d) de separación. En el caso en el que se recicla al menos una parte del efluente que comprende agua, dicha parte del efluente que comprende agua se envía de forma ventajosa con la ayuda de un fluido trazo o de un fluido obtenido con el método y se purifica preferentemente de acuerdo con los métodos de purificación conocidos que se describen a continuación.

Etapa e)

De acuerdo con la invención, al menos una parte del efluente que comprende agua obtenido en la etapa d) de separación experimenta una etapa e) de purificación. La etapa e) de purificación se puede realizar de forma ventajosa con cualquier método de purificación conocido por el experto en la materia. A modo de ejemplo, la etapa e) de purificación se puede realizar de forma ventajosa mediante el uso de resinas de intercambio iónico, tamices moleculares, membranas, mediante la adición de agentes químicos para ajustar el pH, tales como por ejemplo sosa o aminas y mediante la adición de agentes químicos para estabilizar los productos, tales como por ejemplo los inhibidores de polimerización elegidos entre bisulfitos y tensioactivos.

A continuación, se separa al menos un flujo de agua purificada y al menos un flujo de etanol no convertido. La separación se puede realizar de forma ventajosa con cualquier método de separación conocido por el experto en la materia. A modo de ejemplo, la separación se puede realizar de forma ventajosa por destilación, usando tamices moleculares, membranas, separación con vapor o con calor o mediante absorción con disolventes tales como por ejemplo los disolventes glicolados.

Un flujo que contiene gases ligeros, preferentemente acetaldehído y metanol, también se puede separar de forma ventajosa.

El uso del flujo de agua purificada obtenido en la etapa e) permite separar la mayor parte de etileno del agua antes de su reciclado. Por lo tanto, en el método de acuerdo con la invención se disocia el etileno del diluyente, lo que permite el uso de un diluyente de reacción térmica inerte para el método. Eso también permite un aumento de la recuperación energética, sin degradar el rendimiento y la selectividad hacia el etileno final.

Etapa f)

De acuerdo con la invención al menos una parte del flujo de agua purificada obtenido en la etapa e) se recicla corriente arriba de la etapa a). Al menos una parte del flujo de agua purificada obtenido en la etapa e) se mezcla con la carga de etanol de forma opcional tratada previamente y opcionalmente en mezcla con al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e), corriente arriba de la etapa a) de vaporización de dicha carga.

El flujo de agua purificada obtenido en la etapa e) desempeña el papel de diluyente de reacción térmica.

La dilución de dicha carga de etanol mediante la adición de al menos una parte del flujo de agua purificada obtenido en la etapa e) se realiza con una proporción de masa de diluyente con respecto a la carga, comprendida de forma

ventajosa entre 1 y 4 con el fin de disminuir las presiones parciales de etanol en el o los reactores y para hacer que el método sea más selectivo en etileno.

5 Al menos una parte de dicho flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e) de purificación del efluente que comprende aguas se recicla y se mezcla de forma ventajosa, corriente arriba de la etapa a) de vaporización, con la carga de etanol opcionalmente tratada previamente, y se mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f).

10 Descripción de las figuras

10 La figura 1 representada de forma esquemática el método de deshidratación de etanol en el caso de la deshidratación de una carga de etanol concentrada con un reciclado de al menos una parte del agua purificada durante la etapa f) del método.

15 La carga de etanol se introduce en una zona de tratamiento previo (2) a través del conducto (1). La carga de etanol tratada previamente (3) se mezcla a continuación en el conducto (5) con una parte del flujo de agua purificada obtenido en la zona de purificación (16) que se recicla con diluyente de reacción a través de los conductos (18) y (4). La carga de etanol también se mezcla con una parte del flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la zona de purificación (16), a través del conducto (17) a continuación (4). La carga de etanol tratada previamente en mezcla con una parte del flujo de agua purificada reciclada y una parte del flujo de etanol que no ha reaccionado se introduce a través del conducto (5) a una presión comprendida entre 0,1 y 0,4 MPa, en un intercambiador de gas/líquido E1 en el que dicha mezcla experimenta un intercambio de calor con el efluente obtenido en el último reactor adiabático R2 que penetra en el intercambiador a través del conducto (11). El calor latente por la entalpía de condensación del efluente obtenido en el último reactor adiabático R2 se usa para vaporizar la carga de etanol en mezcla con el flujo de agua purificada reciclada y un flujo de etanol que no ha reaccionado, sin aporte de calor externo.

25 La carga de etanol en mezcla con el flujo de agua purificada reciclada y un flujo de etanol que no ha reaccionado, vaporizada, a continuación se envía a través del conducto (6) a un compresor C1.

30 Dicha mezcla de la carga y los dos flujos, vaporizada y comprimida se envía a continuación a través del conducto (7) en un intercambiador E2 de tipo gas monofásico, en el que dicha mezcla se calienta gracias a un intercambio de calor con el efluente obtenido en el último reactor adiabático R2 que se introduce en E2 a través del conducto (10). En dicho intercambiador de tipo gas monofásico, dicha carga vaporizada y comprimida se sobrecalienta y el efluente obtenido, en estado gaseoso, en el último reactor adiabático R2 se "dese sobrecalienta" sin ser condensado.

35 Dicha mezcla de la carga y los dos flujos, vaporizada, comprimida y calentada en el intercambiador de tipo gas monofásico E2 se introduce a continuación en un horno H1 a través del conducto (8) con el fin de llevarlo a una temperatura de entrada en el primer reactor adiabático R1 compatible con la temperatura de la reacción de deshidratación. El efluente obtenido en el primer reactor R1 se envía a un segundo horno H2 a través del conducto (8 bis) antes de su introducción en el segundo reactor R2 a través del conducto (9 bis).

40 El efluente obtenido en el segundo reactor R2 experimenta a continuación los dos intercambios sucesivos que se han descrito anteriormente en los intercambiadores E2 y E1 a través de los conductos (10) y (11).

45 El efluente obtenido en el intercambiador E1 se envía a través del conducto (12) a una columna de separación de gas/líquido (13) en la que se separa en un efluente que comprende etileno (14) y un efluente que comprende agua (15). Una parte del efluente que comprende agua se recicla después de refrigeración en la columna (13) a través del conducto (22).

50 La parte del efluente que comprende agua no reciclada en la columna (13) se envía a través del conducto (15) a una etapa (16) de purificación y de separación. Al menos un flujo de agua purificada (18) y (19) y al menos un flujo de etanol no convertido (17) y (21) se separan a continuación. Un flujo que contiene los gases ligeros (20), también se separa.

55 Una parte de dicho flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa (16) de purificación del efluente que comprende agua se recicla a través del conducto (17) y se mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada a través del conducto (18) en el conducto (4). La mezcla de estos dos flujos se mezcla corriente arriba del intercambiador E1, con la carga de etanol tratada previamente (3).

60 Los ejemplos siguientes ilustran la invención sin limitar su alcance.

Ejemplos

65 Ejemplo 1: de acuerdo con la invención.

El Ejemplo 1 ilustra un método de acuerdo con la invención en el que la etapa c) se realiza en un reactor adiabático.

La carga de etanol considerada se produce mediante fermentación de trigo, sin extracción de gluten, con un método de tipo dry milling de acuerdo con el término anglosajón.

5 La carga de etanol cuya composición se proporciona en la columna 1 de la tabla 1 se trata previamente sobre una resina TA 801 a una temperatura de 140 °C. Las características de la carga de etanol tratada previamente también se proporcionan en la columna 2 de la tabla 1.

10 Etapa a)

Dicha carga de etanol tratada previamente se introduce, con un caudal de 46 187 kg/h, en mezcla con 114 547 kg/h de agua purificada reciclada obtenida en la etapa e) y con 132 kg/h de etanol no convertido obtenido en la etapa e), en un intercambiador E1 a una presión igual a 0,31 MPa.

15 El flujo de agua purificada obtenido en la etapa e) desempeña el papel de diluyente de reacción térmica. La dilución de dicha carga de etanol mediante la adición de una parte del flujo de agua purificada obtenido en la etapa e) se realiza en una proporción de masa de diluyente con respecto a la carga igual a 2,5.

20 Tabla 1: Características de la carga de etanol antes y después del tratamiento previo

	(1)	(2)	Unidad
Contenido de Etanol	91,9	91,9	% en peso
Acetaldehído	0,0169	0,0169	% en peso
Aldehídos	0,0175	0,0175	% en peso
Ésteres	0,003	0,603	% en peso
<i>Alcoholes superiores</i>	<i>0,2144</i>	<i>0,2144</i>	% en peso
Metanol	0,0038	0,0038	% en peso
1-propanol	0,0604	0,0604	% en peso
2-metil-1 propanol	0,0551	0,0551	% en peso
1 butanol	0,0018	0,0018	% en peso
2-metil-1 butanol	0,0256	0,0256	% en peso
3-metil-1 butanol	0,0715	0,0715	% en peso
Compuestos de nitrógeno	0,005	0	% en peso
contenido de agua	7,4156	7,4156	% en peso

(1) : Etanol de carga

(2) : Después del tratamiento previo

Con fines de simplificación, la descripción de las impurezas en la carga tratada previamente se ha eliminado en la continuación del texto.

25 En la etapa a), la mayor parte del calor latente de la fase acuosa del efluente obtenido en el reactor adiabático de la etapa c) se recupera para vaporizar la mezcla de la carga y de los otros dos flujos, sin aporte de calor externo. Por lo tanto, un 90,1 % del agua contenida en dicho efluente obtenido en el reactor adiabático de la etapa c) se encuentra en forma acuosa líquida. Por lo tanto, se intercambian 88,5 MW entre la mezcla de la carga y de los otros dos flujos y el efluente del reactor.

30 La temperatura de inicio de vaporización de dicha carga es igual a 126 °C (a 0,27 MPa) y la temperatura de condensación final de dicho efluente obtenido en el reactor adiabático que es el efluente es de 117 °C (a 0,41 MPa).

Etapa b)

35 La mezcla de la carga y de los otros dos flujos, vaporizada, obtenida en el intercambiador a continuación se comprime en un compresor radial con multiplicador integrado con el fin de que la presión de dicha mezcla de la carga y de los otros dos flujos, vaporizada al final de la compresión sea igual a 0,63 MPa.

5 La mezcla de la carga y de los otros dos flujos, vaporizada y comprimida a continuación se calienta en un intercambiador E2 de tipo gas monofásico, gracias a un intercambio de calor con el efluente obtenido en el reactor adiabático de la etapa c). En dicho intercambiador de tipo gas monofásico, dicha mezcla de la carga y de los otros dos flujos, vaporizada y comprimida se sobrecalienta a una temperatura de 345 °C y el efluente obtenido, en estado gaseoso, en el reactor adiabático de la etapa c) se "deseobrecalienta" sin ser condensado y presenta una temperatura de 269 °C.

Etapa c)

10 Dicha mezcla de la carga y de los otros dos flujos, vaporizada, comprimida y calentada en dicho intercambiador de tipo gas monofásico se introduce a continuación en un horno con el fin de llevarla a una temperatura de entrada en dicho reactor adiabático compatible con la temperatura de la reacción de deshidratación, es decir, a una temperatura de 500 °C.

15 Dicha mezcla de la carga y de los otros dos flujos, vaporizada, comprimida y calentada se introduce en el reactor adiabático a una presión de entrada de 0,53 MPa.

20 El reactor adiabático contiene un lecho fijo de catalizador de deshidratación, comprendiendo dicho catalizador un 80 % en peso de zeolita ZSM-5 tratada con H₃PO₄ con el fin de que el contenido de P₂O₅ sea de un 3,5 % en peso.

Las condiciones de temperatura y de presión de los flujos que entran y salen del reactor adiabático de la etapa c) se proporcionan en la tabla 2:

Tabla 2: Condiciones de funcionamiento de la etapa c) de deshidratación.

	Unidad	Entrada	Salida
Presión	MPa	0,53	0,50
Velocidad ponderal por hora	h ⁻¹	7	7
Temperatura de reacción	°C	500	384

25 La conversión de la carga de etanol en la etapa c) es de un 99,4 %.

Etapa d)

30 El efluente obtenido en el reactor adiabático de la etapa c) experimenta a continuación los dos intercambios de calor que se han descrito anteriormente y se envía a una columna de separación de gas/líquido. Un efluente que comprende etileno a una presión igual a 0,39 MPa se separa, así como un efluente que comprende agua. Esta separación se realiza mediante el uso de una columna de separación de gas/líquido, con reciclado del agua producida en la parte baja de la columna hacia la cabeza de la columna y después de refrigeración e inyección de agente neutralizante.

35 El efluente que comprende etileno experimenta a continuación una compresión para aumentar su presión a 2,78 MPa antes de su purificación final. El etileno separado no se recicla en dicho reactor adiabático.

40 Etapa e)

Un flujo de agua purificada y un flujo de etanol no convertido así como un flujo que contiene los gases ligeros se separan a continuación mediante destilación clásica a baja presión de agua sin tratar.

45 Etapa f)

Una parte del flujo de agua purificada y una parte del flujo de etanol no convertido se reciclan corriente arriba en la etapa a) de vaporización en las proporciones que se han descrito en la etapa a).

50 Los diferentes flujos, en kg/h, se muestran en las tablas 3 y 4:

Tabla 3 y 4: Composición de los principales flujos.

Descripción del flujo		Carga de etanol tratada previamente	Flujo que entra en R1	Flujo que sale de R1	Efluente que comprende etileno

ES 2 556 604 T3

Descripción del flujo		Carga de etanol tratada previamente	Flujo que entra en R1	Flujo que sale de R1	Efluente que comprende etileno
Nº de flujo que corresponde en la figura		3	9	10	14
Caudal másico total	kg/h	46187	160866	160866	26076
Caudal másico por componentes	kg/h				
etileno		0	0	25154	25124
etano		0	0	21	21
C3		0	0	88	88
C4		0	0	504	503
compuestos oxigenados (distintos del etanol)		0	0	110	27
etanol		42446	42685	267	6
H ₂ O		3741	118182	134722	307

Descripción del flujo		Efluente que comprende agua	Reciclado de etanol no convertido	Agua purificada reciclada	Agua purgada	gases ligeros
Nº de flujo que corresponde en la figura		15	17	18	19	20
Caudal másico total	kg/h	134790	132	114547	19997	114
Caudal másico por componentes	kg/h					
etileno		31	0	0	0	30,9
etano		0	0	0	0	0,0
C3		0	0	0	0	0,1
C4		1	0	0	0	0,5
compuestos oxigenados (distintos del etanol)		83	0	0	0	83
etanol		261	126	113	22	0,0
H ₂ O		134415	6	114434	19975	0,0

Los compuestos C3 y C4 son compuestos de hidrocarburos en C3 y C4.

5 La selectividad del método hacia el etileno es de un 97 %.

Esta se calcula de la manera siguiente: (Etileno contenido en el efluente que comprende etileno) / (0,61 * cantidad de etanol convertido) en la que la cantidad de etanol convertido es el etanol contenido en la carga de etanol tratada previamente restada del etanol contenido en los flujos de agua purgada y en el efluente que comprende etileno. La cantidad máxima de etileno obtenido deshidratando 1 g de etanol puro es 0,61 g.

10

El balance energético del esquema de acuerdo con el ejemplo 1 de acuerdo con la invención se muestra en la tabla 5:

Tabla 5: balance energético

Energía intercambiada en el interior del sistema		Energía suministrada al sistema con un aporte externo		
Cantidad de calor intercambiado en el primer intercambiador (E1)	Cantidad de calor intercambiado en el segundo intercambiador (E2)	Cantidad de calor intercambiado en el horno	Electricidad necesaria para la compresión	Cantidad de calor extraído en la columna de separación gas/líquido
MW	MW	MW	MW	MW
88,5	10,8	15,4	8,4	13,8

El cálculo del consumo de energía primaria se realizó usando las bases siguientes:

- 5 - eficacia de 0,8 sobre los hornos
- eficacia de 0,375 sobre la producción de electricidad.

10 El esquema de acuerdo con el ejemplo 1 de acuerdo con la invención presenta un consumo de energía primaria equivalente o consumo específico de 6 GJ equivalente por tonelada de etileno producida.

Ejemplo 2: de acuerdo con la invención.

15 El Ejemplo 2 ilustra un método de acuerdo con la invención en el que la etapa c) se realizará en dos reactores adiabáticos.

Etapa a)

20 La misma carga de etanol tratada previamente que la usada en el ejemplo 1 se introduce con un caudal de 46187 kg/h en un intercambiador E1 a una presión igual a 0,31 MPa, en mezcla con 114549 kg/h de agua purificada reciclada y con 131 kg/h de etanol no convertido, obtenidos en la etapa e).

Etapa b)

25 El intercambio de calor que se ha descrito en el ejemplo 1 se produce y la mezcla de la carga y de los dos flujos, vaporizada, a continuación se comprime en un compresor del mismo tipo que el del ejemplo 1 con el fin de que la presión de dicha mezcla de la carga y de los dos flujos, vaporizada al final de la compresión sea igual a 0,69 MPa. Un 90,2 % del agua contenida en el efluente obtenido en el último reactor se encuentra en forma acuosa líquida. Por lo tanto, se intercambian 88,9 MW entre la mezcla de la carga y de los dos flujos y el efluente obtenido en el último reactor.

30 La temperatura de inicio de vaporización de dicha carga es igual a 126 °C (a 0,27 MPa) y la temperatura de condensación final de dicho efluente obtenido en el reactor adiabático que es el efluente es de 117 °C (a 0,41 MPa).

35 Etapa c)

40 La mezcla de la carga y de los dos flujos, vaporizada y comprimida a continuación se calienta en un intercambiador E2 de tipo gas monofásico, gracias a un intercambio de calor con el efluente obtenido en el segundo reactor adiabático de la etapa c). En dicho intercambiador de tipo gas monofásico, la mezcla de la carga y de los dos flujos, vaporizada y comprimida se sobrecalienta a una temperatura de 353 °C y el efluente obtenido, en estado gaseoso, en el reactor adiabático de la etapa c) se "dessorcalienta" sin ser condensado y presenta una temperatura de 275 °C.

45 La mezcla de la carga y de los dos flujos, vaporizada, comprimida y calentada en dicho intercambiador de tipo gas monofásico se introduce a continuación en un horno con el fin de llevarla a una temperatura de entrada en el primer reactor adiabático compatible con la temperatura de la reacción de deshidratación, es decir, a una temperatura de 400 °C.

50 La mezcla de la carga y de los dos flujos, vaporizada, comprimida y calentada se introduce en el primer reactor adiabático a una presión de entrada de 0,62 MPa.

El efluente obtenido en el primer reactor adiabático sale de dicho primer reactor a una temperatura de 318 °C y a continuación se introduce en un horno con el fin de que la temperatura de entrada de dicho efluente en el segundo

ES 2 556 604 T3

reactor adiabático sea de 405 °C. Dicho efluente presenta una presión de entrada en dicho segundo reactor de 0,53 MPa.

5 El efluente obtenido en el segundo reactor adiabático sale de dicho segundo reactor adiabático a una temperatura de 380 °C y a una presión de 0,50 MPa.

Cada uno de los dos reactores adiabáticos contiene un lecho fijo de catalizador de deshidratación, siendo dicho catalizador idéntico en los dos reactores e idéntico al usado en el ejemplo 1.

10 Las condiciones de temperatura y de presión de los flujos que entran y salen de los reactores adiabáticos de la etapa c) se proporcionan en la tabla 6:

Tabla 6: Condiciones de funcionamiento de la etapa c) de deshidratación.

	Unidad	reactor 1		reactor 2	
		entrada	salida	entrada	salida
Presión	MPa	0,59	0,56	0,53	0,50
Velocidad ponderal por hora	h ⁻¹	14		14	
Temperatura de reacción	°C	400	318	405	380

15 La conversión de la carga de etanol al final de la etapa c) es de un 99,4 %.

Etapa d)

20 El efluente obtenido en el segundo reactor adiabático de la etapa c) experimenta a continuación los dos intercambios de calor que se han descrito anteriormente y se envía a una columna de separación de gas/líquido. Un efluente que comprende etileno a una presión igual a 0,39 MPa se separa, así como un efluente que comprende agua. Esta separación se realiza mediante el uso de una columna de separación de gas/líquido, con reciclado del agua producida en la parte baja de la columna hacia la cabeza de la columna después de refrigeración e inyección de agente neutralizante.

25 El efluente que comprende etileno experimenta a continuación de forma ventajosa una compresión para aumentar su presión a 2,78 MPa antes de su purificación final. El etileno separado no se recicla en el primer o el segundo reactor adiabático.

30 Etapa e)

Un flujo de agua purificada y un flujo de etanol no convertido así como un flujo que contiene los gases ligeros se separan a continuación mediante destilación clásica a baja presión de agua sin tratar.

35 Etapa f)

Una parte del flujo de agua purificada y una parte del flujo de etanol no convertido se reciclan corriente arriba de la etapa a) de vaporización en las proporciones que se han descrito en la etapa a).

40 Los diferentes flujos, en kg/h, se muestran en las tablas 7 y 8:

Tabla 7 y 8: Composición de los principales flujos.

Descripción del flujo		Carga de etanol tratada previamente	Flujo que entra en R1	Flujo que entra en R2	Flujo que sale de R2	Efluente que comprende etileno
Nº de flujo		3	9	9 bis	10	14
Caudal másico total	kg/h	46187	160867	160867	160867	26076
Caudal másico por componentes	kg/h					

ES 2 556 604 T3

Descripción del flujo		Carga de etanol tratada previamente	Flujo que entra en R1	Flujo que entra en R2	Flujo que sale de R2	Efluente que comprende etileno
etileno		0	0	17929	25155	25123
etano		0	0	10	21	21
C3		0	0	11	88	88
C4		0	0	137	504	503
compuestos oxigenados (distintos del etanol)		0	0	599	110	27
etanol		42446	42685	12183	267	6
H ₂ O		3741	118182	129998	134727	307

Descripción del flujo		Efluente que comprende agua	Reciclado de etanol no convertido	Agua purificada reciclada	Agua purgada	gases ligeros
Nº de flujo		15	17	18	19	20
Caudal másico total	kg/h	134790	131	114549	19996	114
Caudal másico por componentes	kg/h					

etileno		31	0	0	0	31
etano		0	0	0	0	0
C3		0	0	0	0	0
C4		1	0	0	0	1
compuestos oxigenados (distintos del etanol)		83	0	0	0	83
etanol		261	125	113	22	0
H ₂ O		134415	6	114436	19974	0

La selectividad del método hacia el etileno es de un 97 %. Se calcula de la misma manera que para el ejemplo 1.

- 5 El balance energético del esquema de acuerdo con el ejemplo 1 de acuerdo con la invención se muestra en la tabla 9:

Tabla 9: Balance energético

Energía intercambiada en el interior del sistema		Energía suministrada al sistema con un aporte externo			
Cantidad de calor intercambiado en el 1 ^{er} intercambiador E1	Cantidad de calor intercambiado en el 2 ^o intercambiador E2	Cantidad de calor intercambiado en el 1 ^{er} horno	Cantidad de calor intercambiado en el 2 ^o horno	Electricidad necesaria para la compresión	Cantidad de calor extraído en la columna de separación de gas/líquido
MW	MW	MW	MW	MW	MW
88,9	9,9	4,6	8,4	9,5	14,0

- 10 El cálculo del consumo de energía primaria se realizó usando las mismas bases que para el esquema 1.

El esquema de acuerdo con el ejemplo 2 de acuerdo con la invención presenta un consumo de energía primaria equivalente o consumo específico de 6 GJ equivalente por tonelada de etileno producida.

Ejemplo 3: comparativo

El Ejemplo 3 ilustra un método en el que la reacción de deshidratación se realiza en un reactor adiabático y en el que la carga, en mezcla con un flujo de etanol no convertible con un flujo de agua purificada, se introduce a baja presión en la etapa a) de vaporización y dicha mezcla, vaporizada, en la salida del intercambiador no experimenta la etapa b) de compresión. En este ejemplo, el etileno separado no se recicla en dicho reactor adiabático que contiene el catalizador de deshidratación.

La misma carga de etanol tratada previamente que la usada en el ejemplo 1 se introduce, con un caudal de 46 066 kg/h en un intercambiador a una presión igual a 0,65 MPa, en mezcla con 114 553 kg/h de agua purificada reciclada y con 131 kg/h de etanol no convertido obtenido en la etapa e). La mezcla de la carga de etanol con los otros dos grupos que se han descrito anteriormente se vaporiza parcialmente mediante intercambio de calor entre dicha mezcla y el efluente obtenido en el reactor adiabático. Solamente una parte del calor latente de condensación de la fase acuosa del efluente se puede usar para vaporizar en parte dicha mezcla de la carga de etanol con los otros dos flujos. Por lo tanto, solamente se vaporiza un 33,3 % en de dicha mezcla y solamente se encuentra condensado un 12 % del efluente acuoso, lo que corresponde a una cantidad de calor intercambiado de 31,8 MW. Con el fin de vaporizar la totalidad de dicha mezcla, se debe aportar una cantidad de calor complementaria de 58,2 MW mediante una fuente de calor externa: dicha mezcla parcialmente vaporizada a continuación se vaporiza totalmente en un intercambiador de tipo evaporado, usando el vapor como fluido de transferencia de calor.

Dicha mezcla parcialmente vaporizada, a continuación evaporada en dicho intercambiador de tipo evaporador se introduce a continuación en un horno con el fin de llevarla a una temperatura de entrada en dicho reactor adiabático compatible con la temperatura de la reacción de deshidratación, es decir, a una temperatura de 500 °C.

Dicha carga vaporizada y calentada se introduce en el reactor adiabático a una presión de entrada de 0,53 MPa.

El reactor adiabático contiene un lecho fijo de catalizador de deshidratación, siendo dicho catalizador idéntico al usado en el ejemplo 1.

Las condiciones de temperatura y de presión en dicho reactor adiabático son las siguientes:

Tabla 10: Condiciones de funcionamiento de la etapa c) de deshidratación

	Unidad	Entrada	Salida
Presión	MPa	0,53	0,50
Velocidad ponderal por hora	h ⁻¹	7	7
Temperatura de reacción	°C	500	383

La conversión de la carga de etanol es de un 99,4 %.

El efluente obtenido en el reactor adiabático de la etapa c) experimenta a continuación el intercambio de calor que se ha descrito anteriormente: se enfría hasta 144 °C y se deberá enfriar en un intercambiador usando un fluido de transferencia de refrigeración exterior para alcanzar 117 °C antes de ser enviado en una columna de separación de gas/líquido. Este intercambiador es un refrigerador que funciona con agua. Por lo tanto, se deberá intercambiar una cantidad de calor de 68 MW entre el efluente del reactor y el fluido de transferencia de refrigeración. Un efluente que comprende etileno a una presión igual a 0,38 MPa se separa, así como un efluente que comprende agua. Esta separación se realiza mediante el uso de una columna de separación de gas/líquido, con reciclado de agua producida en la parte baja de la columna hacia la cabeza de la columna después de refrigeración e inyección de agente neutralizante.

El efluente que comprende etileno experimenta a continuación de forma ventajosa una compresión para aumentar su presión a 2,78 MPa antes de su purificación final. El etileno separado no se recicla en dicho reactor adiabático.

Un flujo de agua purificada y un flujo de etanol no convertido así como un flujo que contiene los gases ligeros separan a continuación mediante destilación clásica a baja presión de agua sin tratar.

Un flujo de agua purificada y un flujo de etanol no convertido se separan a continuación mediante destilación clásica a baja presión de agua sin tratar.

ES 2 556 604 T3

Una parte del flujo de agua purificada y una parte del flujo de etanol no convertido se reciclan corriente arriba de la etapa a) de vaporización.

Los diferentes flujos, en kg/h, se muestran en las tablas 11 y 12:

5

Tabla 11 y 12: Composición de los principales flujos

Descripción del flujo		Carga de etanol tratada previamente	Flujo que entra en R1	Flujo que sale de R1	Efluente que comprende etileno	Efluente que comprende agua
Caudal másico total	kg/h	46066	160750	160750	26015	134734
Caudal másico por componentes	kg/h					
etileno		0	0	25088	25057	31
etano		0	0	21	21	0
C3		0	0	88	88	0
C4		0	0	502	502	1
compuestos oxigenados (distintos del etanol)		0	0	110	28	82
etanol		42335	42572	266	6	260
H ₂ O		3731	118178	134675	314	134361

Descripción del flujo		Reciclado de etanol no convertido	Agua purificada reciclada	Agua purgada	gases ligeros
Caudal másico total	kg/h	131	114553	19936	113
Caudal másico por	kg/h				
etileno		0	0	0	31
etano		0	0	0	0
C3		0	0	0	0
C4		0	0	0	1
compuestos oxigenados (distintos del etanol)		0	0	0	82
etanol		125	113	21	0
H ₂ O		6	114440	19915	0

La selectividad del método hacia el etileno es de un 97%. Se calcula de la misma manera que para el ejemplo 1.

10

El balance energético del esquema de acuerdo con el ejemplo 3 no de acuerdo con la invención se muestra en la tabla 13:

Tabla 13: Balance energético

Energía intercambiada en el interior del sistema	Energía suministrada al sistema con un aporte externo				
	Cantidad de calor intercambiado en el 1 ^{er} intercambiador	Cantidad de calor intercambiado en el evaporador	Cantidad de calor intercambiado en el horno	Cantidad de calor extraído en el refrigerador	Cantidad de calor extraído sobre la columna de separación de gas/líquido
MW	MW	MW	MW	MW	MW
31,9	58,2	33,0	68,0	13,6	

El cálculo del consumo de energía primaria se realizó usando las mismas bases que para el esquema 1, considerando además una eficacia de 0,9 con respecto a la producción de vapor.

Este esquema 3 presenta un consumo de energía primaria equivalente o consumo específico, de 15,2 GJ equivalente por tonelada de etileno producida. La vaporización de la carga en mezcla con un flujo de etanol no convertido y un flujo de agua purificada, realizada en el esquema 1 del ejemplo 1 de acuerdo con la presente invención, a baja presión, permite reducir de manera notable el consumo de energía primaria equivalente: el esquema 1 presentaba un consumo de energía primaria de 6 GJ equivalente por tonelada de etileno.

Ejemplo 4: comparativo

El Ejemplo 4 ilustra un método en el que la reacción de deshidratación se realizará en un reactor adiabático y en el que la carga, en mezcla con un flujo de etanol no convertirá con un flujo de agua purificada, se introduce en la etapa a) de vaporización y dicha mezcla, vaporizada, a la salida del intercambiador no experimenta la etapa b) de compresión. En este ejemplo, una parte del efluente obtenido en el reactor adiabático, que comprende etileno y agua, se recicla en dicho reactor adiabático que contiene el catalizador de deshidratación.

El Ejemplo 4 se basa en el hecho de que una parte del efluente obtenido en el reactor adiabático, que comprende etileno y agua, se comprime y se recicla a la entrada del primer reactor, esto con el objetivo de reciclar una parte del fluido de transferencia de calor que es agua directamente en forma de vapor sin condensación ni revaporización. Este reciclado contiene por lo tanto etileno y en consecuencia, reacciones secundarias de oligomerización, transferencia de hidrógeno y desproporción de olefinas que se van a producir en cantidades más importantes en el reactor, conduciendo una pérdida global de producción de etileno en el reactor y por lo tanto a una disminución de la selectividad hacia el etileno.

La misma carga de etanol tratada previamente que la usada en el ejemplo 1 se introduce a razón de 46065 kg/h en un intercambiador a una presión igual a 0,65 MPa, en mezcla con 49241 kg/h de agua purificada reciclada y con 205 kg/h de etanol no convertido. Dicha mezcla de la carga de etanol en mezcla con el flujo de agua purificada et el flujo de etanol no convertido se vaporiza parcialmente mediante intercambio de calor con el efluente obtenido en el reactor adiabático. Solamente una parte del calor latente de condensación de la fase acuosa del efluente se puede usar para vaporizar en parte dicha en la. Por lo tanto, solamente se condensa un 42,4 % en peso de dicha mezcla y solamente se condensa un 17 % en peso del efluente acuoso, lo que corresponde a una cantidad de calor intercambiado de 21,3 MW.

Dicha mezcla parcialmente vaporizada a continuación se mezcla con una parte del efluente obtenido en el reactor adiabático que comprende etileno y agua, comprimido previamente, cuyo caudal es de 20 000 kg/h. El aporte de calor unido a dicho efluente recicla de contenido no es suficiente para vaporizar toda la mezcla de la carga de etanol en mezcla con el flujo de agua purificada y el flujo de etanol no convertido: se vaporiza un 88 % en peso de dicha mezcla. Con el fin de vaporiza totalmente dicha mezcla, es necesario aportar 12,8 MW suplementarios con una fuente de calor externa: dicha mezcla parcialmente vaporizada a continuación se vaporiza totalmente en un intercambiador de tipo evaporador, usando vapor como fluido de transferencia de calor.

Dicha mezcla vaporizada, y calentada en dicho intercambiador de tipo evaporador a continuación se introduce en un horno con el fin de llevarla a una temperatura de entrada en dicho reactor adiabático compatible con la temperatura de la reacción de deshidratación, es decir, a una temperatura de 476 °C.

Dicha carga vaporizada y calentada se introduce en el reactor adiabático a una presión de entrada de 0,53 MPa.

El reactor adiabático contiene un lecho fijo de catalizador de deshidratación, siendo dicho catalizador idéntico al usado en el ejemplo 1.

Las condiciones de temperatura y de presión en dicho reactor adiabático son las siguientes:

Tabla 14: Condiciones de funcionamiento.

	Unidad	Entrada	Salida
Presión	MPa	0,53	0,50
Velocidad ponderal por hora	h ⁻¹	7	7
Temperatura de reacción	°C	476	393

La conversión de la carga de etanol es de un 98,8 %.

5 El efluente obtenido en el reactor adiabático experimenta a continuación el intercambio de calor que se ha descrito anteriormente y se refrigera hasta 117 °C mediante una fuente exterior antes de ser enviado a una columna de separación de gas/líquido. Este intercambiador puede ser un refrigerador que funciona con agua. Por lo tanto, se deberá intercambiar una cantidad de calor de 30,9 MW entre el efluente del reactor y el fluido de transferencia de refrigeración. Un efluente que comprende etileno a una presión igual a 0,43 MPa se separa así como un efluente que comprende agua. Esta separación se realiza mediante el uso de una columna de separación de gas/líquido, con reciclado del agua producida en la parte baja de la columna hacia la cabeza de la columna después de refrigeración e inyección de agente neutralizante.

10 El efluente que comprende etileno experimenta a continuación de forma ventajosa una compresión para aumentar su presión a 2,78 MPa antes de su purificación final. El etileno separado no se recicla en dicho reactor adiabático.

15 Un flujo de agua purificada y un flujo de etanol no convertido así como un flujo que contiene los gases ligeros a continuación se separan mediante destilación clásica a baja presión de agua sin tratar.

Una parte del flujo de agua purificada y una parte del flujo de etanol no convertido se reciclan corriente arriba de la etapa a) de vaporización.

20 Los diferentes flujos, en kg/h, se muestran en la tabla 15:

Tabla 15: Composición de los principales flujos.

Descripción de los flujos		Carga de etanol tratada previamente	Carga re combinada entrada intercambiador	Reciclado del efluente obtenido en el reactor	Flujo que entra en el reactor	Flujo que sale del reactor
Caudal másico total	kg/h	46065	95511	89742	185252	185252
Caudal másico por componentes	kg/h					
etileno		0	0	20000	20000	41283
etano		0	0	27	27	56
C3		0	0	1187	1187	2450
C4		0	0	2655	2655	5480
compuestos oxigenados (distintos del etanol)		0	0	112	112	231
etanol		42334	42578	245	42823	518
H ₂ O		3731	52932	65242	118175	134669
C4+		0	0	274	274	566

Descripción de los flujos		Efluente hacia el intercambiador	Efluente que comprende etileno	Efluente que comprende agua	Reciclado de etanol no convertido	Agua purificada reciclada
Caudal másico total	kg/h	95509	25978	69531	205	49241
Caudal másico por componentes	kg/h					
etileno		21283	21261	22	0	0
etano		29	29	0	0	0
C3		1263	1262	1	0	0
C4		2825	2823	2	0	0
compuestos oxigenados (distintos del etanol)		119	46	73	0	0

ES 2 556 604 T3

etanol	273	10	263	196	48
H ₂ O	69426	259	69168	9	49193
C4+	292	290	2	0	0

Descripción de los flujos		Agua purgada	gases ligeros
Caudal másico total	kg/h	19985	100
Caudal másico por componentes	kg/h		
etileno		0	22
etano		0	0
C3		0	1
C4		0	2
compuestos oxigenados (distintos del etanol)		0	73
etanol		19	0
H ₂ O		19966	0
C4+		0	2

5 La selectividad del método hacia el etileno es de un 82%. Se calcula de la misma manera que para el ejemplo 1. Se tiene en cuenta la pérdida de selectividad unida al reciclado del efluente obtenido en el reactor adiabático que comprende etileno y agua, no realizando los esquemas precedentes reciclado de dicho efluente que comprende etileno que permite obtener una selectividad de etileno de un 97 %.

10 El balance energético del esquema de acuerdo con el ejemplo 4 no de acuerdo con la invención se muestra en la tabla 16:

Tabla 16: Balance energético

Energía intercambiada en el interior del sistema	Energía suministrada al sistema con un aporte externo				
	Cantidad de calor intercambiado en el 1 ^{er} intercambiador	Cantidad de calor intercambiado en el evaporador	Cantidad de calor intercambiado en el horno	Electricidad necesaria para el compresor	Cantidad de calor extraído en el refrigerador
MW	MW	MW	MW	MW	MW
21,3	12,8	36,7	0,65	30,8	11,9
fuelle interna	fuelle externa	fuelle externa	fuelle externa	fuelle externa	fuelle externa

El cálculo del consumo de energía primaria se realizó usando las mismas bases que para el esquema 1, en considerando además, una eficacia de 0,9 con respecto a la producción de vapor.

15 Este esquema 4 presenta un consumo de energía primaria equivalente o consumo específico de 10,5 GJ equivalente por tonelada de etileno producida. La vaporización de la carga en mezcla con un flujo de etanol no convertido y un flujo de agua purificada, realizada en el esquema 1 del ejemplo 1 de acuerdo con la presente invención, la baja presión, permite reducir de manera notable el consumo de energía primaria equivalente: el esquema 1 presenta un consumo de energía primaria de 6 GJ equivalente por tonelada de etileno.

20

REIVINDICACIONES

1. Método de deshidratación de una carga de etanol en etileno que comprende:

- 5 a) la vaporización de dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) en un intercambiador gracias a un intercambio de calor con el efluente obtenido en el último reactor, estando dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte de dicho flujo de agua purificada reciclada introducida en dicha etapa de vaporización a una presión comprendida entre 0,1 y 0,4 MPa,
- 10 b) la compresión de dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f), vaporizada, en un compresor,
- c) la introducción de dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f), vaporizada y comprimida, a una temperatura de entrada comprendida entre 350 y 500 °C y a una presión de entrada comprendida entre 0,2 y 1,3 MPa, en al menos un reactor adiabático que contiene al menos un catalizador de deshidratación y en el que se produce la reacción de deshidratación,
- 15 d) la separación del efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c) en un efluente que comprende etileno a una presión inferior a 1 MPa y un efluente que comprende agua,
- e) la purificación de al menos una parte del efluente que comprende agua obtenido en la etapa d) y la separación de al menos un flujo de agua purificada y al menos un flujo de etanol no convertido,
- 20 f) el reciclaje de al menos una parte del flujo de agua purificada obtenido en la etapa e) corriente arriba de la etapa a).

2. Método de acuerdo con la reivindicación 1 en el que dicha carga de etanol es una carga de etanol producida a partir de fuente renovable obtenida de biomasa.

25 3. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 o 2 en el que dicha carga de etanol experimenta una etapa de tratamiento previo antes de la etapa a) de vaporización.

30 4. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3 en el que al menos un flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e) de purificación del efluente que comprende agua también se introduce en el intercambiador de la etapa a) de vaporización.

35 5. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4 en el que dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f) se introduce en dicha etapa a) de vaporización a una presión inferior a la presión del efluente a la salida del último reactor.

6. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5 en el que la presión de la carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f), vaporizada al final de la etapa b) de compresión, está comprendida entre 0,2 y 1,3 MPa.

40 7. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6 en el que dicha carga de etanol en mezcla con al menos una parte del flujo de agua purificada reciclada de acuerdo con la etapa f), vaporizada y comprimida obtenida en la etapa b) de compresión, se calienta en un intercambiador de tipo gas monofásico, gracias a un intercambio de calor con el efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c).

45 8. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7 en el que el efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c) presenta a la salida del último reactor adiabático de la etapa c) una temperatura comprendida entre 270 y 420 °C.

50 9. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8 en el que el efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c) presenta a la salida del último reactor adiabático de la etapa c) una presión comprendida entre 0,1 y 1,1 MPa.

55 10. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9 en el que el efluente obtenido en el último reactor adiabático de la etapa c) no se recicla corriente arriba de la etapa c), en al menos un reactor adiabático.

11. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10 en el que la etapa c) en la que se produce la reacción de deshidratación se realiza en uno o dos reactores.

60 12. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11 en el que dicho catalizador de deshidratación usado en la etapa c) es un catalizador ácido amorfo o un catalizador ácido zeolítico.

13. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12 en el que al menos una parte de dicho flujo de etanol que no ha reaccionado obtenido en la etapa e) de purificación del efluente que comprende agua se recicla y se mezcla con la carga de etanol corriente arriba de la etapa a) de vaporización de dicha carga.

65

14. Método de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13 en el que dicha carga de etanol es una carga de etanol hidratada concentrada.

5 15. Método de acuerdo con la reivindicación 14 en el que dicha carga de etanol concentrada comprende un porcentaje de masa de etanol comprendido entre un 35 y un 99,9 % en peso.

16. Método de acuerdo con la reivindicación 15 en el que dicha carga de etanol concentrada comprende un porcentaje de masa de etanol comprendido entre un 35 y un 96 % en peso.

Figura 1

