

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 568 606**

51 Int. Cl.:

C07C 29/04 (2006.01)

C07C 29/10 (2006.01)

C07C 31/20 (2006.01)

C07D 301/06 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **12.08.2010 E 10745536 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.02.2016 EP 2470488**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para producir óxidos de alquileno y glicoles de alquileno**

30 Prioridad:

24.08.2009 DE 102009038398

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

03.05.2016

73 Titular/es:

**THYSSENKRUPP INDUSTRIAL SOLUTIONS AG
(100.0%)**

**ThyssenKrupp Allee 1
45143 Essen, DE**

72 Inventor/es:

REIF, FERDINAND RUDOLF

74 Agente/Representante:

CARPINTERO LÓPEZ, Mario

ES 2 568 606 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín europeo de patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Procedimiento y dispositivo para producir óxidos de alquileo y glicoles de alquileo

5 La presente invención se refiere a un procedimiento para la producción mixta de óxidos de alquileo y glicoles de alquileo, con la recuperación simultánea de los glicoles de alquileo formados como subproductos durante la producción de óxidos de alquileo, así como a una instalación adaptada a ello. Alternativamente el procedimiento puede llevarse a cabo de tal manera, respectivamente la instalación se puede hacer funcionar de tal manera, que en lugar de glicoles de alquileo se obtengan principalmente éter de glicol de alquileo.

La producción en grandes sistemas tecnológicos de óxidos de alquileo y glicoles de alquileo es de conocimiento general.

10 Los óxidos de alquileo se obtienen en grandes sistemas tecnológicos habitualmente mediante oxidación de alquenos. En los procedimientos conocidos técnicamente relevantes se forman los glicoles de alquileo correspondientes como subproductos, mediante transformación con el agua presente en el sistema reactivo según la reacción exotérmica

óxido de alquileo + H₂O ⇒ glicol de alquileo (1).

15 Además de esto tienen lugar reacciones secundarias para obtener glicoles de alquileo superiores, como los di y triglicoles de alquileo, conforme a las fórmulas

óxido de alquileo + glicol de alquileo ⇒ diglicol de alquileo (2), y

óxido de alquileo + diglicol de alquileo ⇒ triglicol de alquileo (3).

20 Normalmente se obtienen con ello concentraciones de glicol de alquileo de hasta el 10 %. Estos glicoles de alquileo se extraen habitualmente de la instalación de óxidos de alquileo como productos de alto punto de ebullición junto con el agua. Antes de su emisión al medio ambiente es necesario limpiar esta agua de proceso, normalmente en una instalación de limpieza biológica. Los glicoles de alquileo presentes en este agua de proceso causan un valor CSB muy elevado, respectivamente una carga muy elevada de sustancias que pueden descomponerse biológicamente, de tal manera que la instalación de limpieza biológica debe dimensionarse con unas dimensiones muy grandes y el agua normalmente debe diluirse previamente. Además de esto los glicoles de alquileo presentan desechos reciclables. Alternativamente a la biología aumentada los glicoles de alquileo pueden extraerse destilativamente, lo que sin embargo exige un elevado consumo de energía y una gran complejidad de aparatos.

30 Los glicoles de alquileo se obtienen en grandes sistemas tecnológicos mediante la transformación de óxidos de alquileo puros en fases acuosas conforme a las fórmulas (1), (2) y (3). Las reacciones según (1), (2) y (3) tienen lugar con un considerable excedente de agua de por ejemplo unas 10-20 veces sobre-estóquiometricamente. Este agua se extrae en un primer paso del sistema reactivo normalmente mediante una vaporización multifásica y, después de la condensación, se realimenta de nuevo al reactor. La mezcla de glicoles de alquileo obtenida se divide después en una serie de columnas de rectificación en los glicoles individuales. Mediante las grandes cantidades de agua a vaporizar se obtienen grandes de energía a alimentar.

Conforme a la invención se modifican y se combinan entre sí una instalación de óxidos de alquileo convencional y conocida y una instalación de glicoles de alquileo convencional y conocida, de tal manera que

- pueden producirse tanto óxido de alquileo como glicoles de alquileo, o bien alternativamente a esto éter de glicol de alquileo,
- 40 - los glicoles de alquileo formados en la instalación de óxidos de alquileo y el éter de glicol de alquileo se recuperan como desechos reciclables y, de este modo, también se descarga la instalación de limpieza post-conectada,
- puede tener lugar una integración de energía,
- no es necesario alimentar agua fresca, y
- 45 - no puede usarse óxido de alquileo o sólo parcialmente limpio.

Además de esto la producción de óxidos de alquileo se realiza con frecuencia en metanol como disolvente. Este debe recuperarse después de la transformación, para poder realimentarse de nuevo al proceso. Un procedimiento de tratamiento de este tipo se describe en el documento DE 102 33 388 A1 (de forma correspondiente el

documento WO 2004/009566 A1). Otros procedimientos de producción de óxidos de alquileo usan otros disolventes orgánicos. En el documento WO 2009/001948 A1 se describe la transformación de propileno, hidrógeno y oxígeno en óxido de propileno en acetonitrilo o en acetonitrilo acuoso.

5 Enclos procedimientos convencionales para producir óxidos de alquileo el material de partida alqueno se transforma en la fase líquida con un medio oxidante. La reacción puede llevarse a cabo con la adición de un catalizador. Como medio oxidante han demostrado ser adecuados cloro, hidroperóxido y de forma preferida peróxido, de forma particularmente preferida peróxido de hidrógeno. La reacción tiene lugar en un reactor, normalmente en un reactor de haz de tubos. En éste el alqueno reacciona con el medio oxidante para obtener 10 óxido de alquileo, dado el caso con la configuración de productos intermedios como clorohidrinas, que a continuación se transforman en óxido de alquileo. Aparte del producto deseado óxido de alquileo se obtienen durante la transformación en una medida reducida glicoles de alquileo. Estos compuestos suponen por un lado unos productos químicos valiosos, pero a causa de la reducida cantidad normalmente sólo pueden obtenerse con una gran complejidad de aparatos y con un elevado consumo de energía, de tal manera que hasta ahora tenían que eliminarse durante el tratamiento de los residuos de la reacción. El documento DE 102 33 382 A1 describe un 15 procedimiento para la destilación pura con funcionamiento continuo del 1,2-propilenglicol, que se produce durante la síntesis sin productos de acoplamiento de óxido de propileno. El documento US 7,332,634 B2 describe un procedimiento continuo para separar 1,2-propilenglicol, que se produce como subproducto durante la producción de óxido de propileno.

20 Después del reactor para la producción del óxido de alquileo se produce la separación de la mezcla reactiva en el producto, en eductos no transformados, agua y dado el caso disolventes orgánicos presentes, normalmente en columnas de rectificación. Los subproductos de bajo punto de ebullición abandonan la instalación de forma preferida con el gas de barrido, mientras que los productos de alto punto de ebullición abandonan la instalación de forma preferida con el agua usada para diluir los reactantes, respectivamente con el agua formada en la reacción. Estas aguas residuales deben seguir diluyéndose normalmente antes de introducirlas en un tratamiento biológico 25 de aguas residuales. Un planteamiento alternativo separa compuestos orgánicos por destilación a partir de las aguas residuales no diluidas, de tal manera que las aguas residuales con una carga pesada se alimentan a la siguiente etapa de tratamiento. Sin embargo, aquí se requiere un elevado consumo energético.

Ejemplos de la producción de glicoles de alquileo a partir de óxidos de alquileo pueden encontrarse en los documentos WO 2004/085375 A1, EP 0 226 799 B1, US-A-3,574,772, US-A-4,937,393, DE 29 38 115 C2 y DE 30 197 26 508 A1. También es posible producir glicoles de alquileo mediante transformación directa a partir de alquenos. Ejemplos de ello pueden encontrarse en los documentos US-A-4,203,926 y US-A-4,308,409.

En un procedimiento convencional para producir glicoles de alquileo el material de partida óxido de alquileo se mezcla con agua y se conduce a través de un reactor, normalmente un sencillo reactor de tubos adiabático. En el mismo reacciona el óxido de alquileo con agua en una reacción exotérmica para obtener glicol de alquileo. 35 Aparte del glicol de alquileo sencillo se forman normalmente glicoles de alquileo superiores, es decir principalmente diglicol de alquileo y triglicol de alquileo así como, en porcentajes muy reducidos, dado el caso también glicoles de alquileo superiores. Estos compuestos suponen unos productos químicos valiosos. Relaciones normales entre glicol de alquileo y di y triglicol de alquileo son aprox. 100:10:1. La reacción puede realizarse mediante la adición de un catalizador. El procedimiento trabaja con grandes cantidades de agua, que normalmente se hacen circular en círculo. Las mismas son necesarias para evacuar el calor reactivo y para reducir, mediante la dilución del óxido de alquileo y del glicol de alquileo, la formación de glicoles de alquileo superiores. 40

Después de que la mezcla reactiva haya abandonado el reactor se produce en primer lugar la separación del agua, por ejemplo en una columna de rectificación o en una sencilla vaporización. Con el fin de ahorrar energía se conectan entre sí con frecuencia varios vaporizadores o columnas de rectificación. 45

Después de la separación del agua se realiza una división en los diferentes glicoles de alquileo. Esto se lleva a cabo normalmente en columnas de rectificación. A este respecto se producen consecutivamente la separación del glicol de alquileo, del diglicol de alquileo y por último del triglicol de alquileo, respectivamente a través de la parte superior o a través de de evacuación lateral. Los productos de alto punto de ebullición se evacuan en el depósito de la columna de triglicol de alquileo y normalmente se desechan, por ejemplo mediante combustión. En algunas variantes de procedimiento se prescinde de la tercera columna, a causa de la reducida cantidad del triglicol de alquileo y se expulsa de la instalación y se desecha ya el residuo de la columna de diglicol de alquileo. Este procedimiento o estas variantes de procedimiento son de conocimiento general. 50

Las instalaciones para producir óxidos de alquileo y para producir glicoles de alquileo se han hecho funcionar hasta ahora por separado, aunque actualmente aprox. el 20 % del óxido de alquileo producido se usa para la producción de glicoles de alquileo. 55

Sin embargo, ya se ha propuesto producir glicoles de alquileo y óxidos de alquileo en una instalación y a continuación separar estos productos unos de otros. Un ejemplo de esto puede verse en el documento WO 02/088102 A1. Sin embargo, aquí se usan sistemas no líquidos y no acuosos, y las reacciones tienen lugar en la fase gaseosa. Este procedimiento no ha experimentado hasta hoy una aplicación en grandes sistemas tecnológicos.

Ya se conocen combinaciones de instalaciones, en las que se han transformado y descompuesto diferentes sustancias unas en otras. El documento DE 2004 054 047 A1 describe un procedimiento para producir 1,6-hexanodiol a partir de ácido de adipina, ácido 6-hidroxicarbónico y compuesto de ácido carbónico con contenido de 1,4-ciclohexanodiol mediante esterificación del compuesto de ácido carbónico, separación destilativa del 1,4-ciclohexanodiol, hidratación de la fracción de éster limpiada y obtención destilativa del 1,6-hexanodiol. El documento DE 10 2008 007 081 describe un procedimiento para producir n-butenos-oligómeros y 1-buteno a partir de mezclas técnicas de C4-hidrocarburos. A este respecto un producto de partida primero se limpia y se trata destilativamente. A continuación se transforma catalíticamente una fracción de alto punto de ebullición obtenida, en donde se oligomerizan los n-butenos contenidos en la misma. El documento DE 10 2005 006 974 A1 describe un procedimiento continuo para producir ciclohexil(met)acrilato. A este respecto se esterifica ácidamente ciclohexanol con ácido (met)acrílico puro, se neutraliza, se lava y a continuación se limpia mediante destilación multifásica. En este procedimiento o en estas instalaciones no se produce ni óxido de alquileo ni glicoles de alquileo.

También el acoplamiento de una instalación para producir óxido de alquileo a una instalación para producir glicol de alquileo se ha propuesto ya. Un ejemplo de ello puede verse en el documento DE 102 33 385 A1 (de forma correspondiente al documento WO 2004/009568 A1). Aquí se evacua el glicol de alquileo formado en las dos partes de instalación desde la respectiva parte de instalación y se combina para el tratamiento de los glicoles de alquileo. Además de esto al reactor se alimenta agua fresca para la producción de glicol de alquileo. El procedimiento descrito en estos documentos contiene un acoplamiento de la producción de óxido de propileno a la producción de glicoles de propileno. Evidentemente el óxido de propileno en crudo que procede de la instalación de óxido de propileno se aplica al segundo reactor con agua, que sin embargo no procede del primer reactor. Además de esto en el procedimiento ya conocido se reunifican los compuestos de glicoles de propileno obtenidos en las etapas de la producción de óxido de propileno y de glicol de propileno y, después de esto se separan destilativamente los glicoles de propileno individuales. En el procedimiento ya conocido se hace pasar en el segundo reactor, por lo tanto, el compuesto reactivo que procede del primer reactor y está liberado de propileno y dado el caso de óxido de propileno y, posteriormente, se reunifica con el compuesto de glicol de propileno que procede del segundo reactor. Este compuesto reactivo procedente del primer reactor contiene unas cantidades considerables de agua, que básicamente tiene que extraerse con el compuesto de glicol de propileno que procede del segundo reactor, ya sea antes o después de la reunificación. De este modo el procedimiento ya conocido exige una separación aparte entre el agua procedente del primer reactor y el agua procedente del segundo reactor, que tiene como consecuencia un consumo considerable en energía y costes de inversión, ya que después debe realizarse un guiado en circuito del agua con mucho consumo de energía.

Se buscan constantemente procedimientos y medidas con los que pueda mejorarse la eficiencia de estos procedimientos y con los que puedan producirse económicamente estos productos químicos básicos.

La tarea de la presente invención consiste en proporcionar un procedimiento sencillo y eficiente energéticamente para la producción combinada de óxidos de alquileo y glicoles de alquileo y, dado el caso, de éter de glicol de alquileo y para la recuperación de los glicoles de alquileo y del éter de glicol de alquileo formados en la instalación de óxido de alquileo en reacciones secundarias, así como una instalación apropiada para ello.

La presente invención se refiere a un procedimiento para producir óxido de alquileo y glicoles de alquileo en una instalación integrada, con una primera instalación parcial para producir óxido de alquileo mediante la transformación de C₂-C₆-olefina con un medio oxidante en la fase líquida y que contiene agua, en donde se obtienen glicoles de alquileo y dado el caso éter de glicol de alquileo como subproductos, y unida a la primera instalación parcial una segunda instalación parcial para producir glicoles de alquileo mediante la transformación de óxido de alquileo con agua en la fase líquida, en donde el compuesto reactivo, que procede de la primera instalación parcial y contiene al menos agua y glicoles de alquileo así como dado el caso éter de glicol de alquileo, se introduce desde la primera instalación parcial a las segunda instalación parcial.

En el procedimiento conforme a la invención la corriente de agua de proceso que contiene glicol de alquileo y dado el caso éter de glicol de alquileo se conduce desde la instalación de óxido de alquileo, dado el caso después del ajuste de un determinado valor de pH, directamente hasta el reactor de la instalación de glicol de alquileo y después de su separación, por ejemplo destilativa, se extrae de la instalación de glicol de alquileo. En el caso de una elección adecuada de la capacidad puede prescindirse de la realimentación de agua, que consume mucha energía. Si en las aguas residuales se encuentran otros componentes valiosos, las aguas residuales

5 pueden someterse a otro tratamiento antes de llevarse al tratamiento de aguas residuales. Los glicoles deshidratados se dividen de forma preferida destilativamente en el mono, di y triglicol de alquileo y, dado el caso, en glicoles de alquileo de mayor valor. Debido a que las instalaciones de óxido de alquileo y las instalaciones de glicol de alquileo se hacen funcionar con frecuencia en el mismo emplazamiento, la invención es apropiada para la modernización y combinación de instalaciones existentes.

A partir del compuesto reactivo que procede de la primera instalación parcial y contiene al menos agua, glicoles de alquileo y éter de glicol de alquileo se separan, de forma preferida antes de su introducción en la segunda instalación parcial, uno o varios componentes, de forma preferida el material de partida olefínico, el producto reactivo óxido de alquileo y dado el caso el disolvente orgánico.

10 En una forma de realización alternativa puede llevarse a cabo el procedimiento conforme a la invención de tal manera, que en la segunda instalación parcial se produzcan principalmente éter de glicol de alquileo. Para ello la transformación a óxido de alquileo en la primera instalación parcial se lleva a cabo en solución acuosa-alcohólica y, a partir del compuesto reactivo que procede de la primera instalación parcial y contiene al menos agua, alcohol, glicoles de alquileo y éter de glicol de alquileo se separan, de forma preferida antes de su introducción en la
15 segunda instalación parcial, uno o varios componentes, de forma preferida el material de partida olefínico y dado el caso el producto reactivo óxido de alquileo. Mediante la introducción de mayores cantidades de alcohol en la segunda instalación parcial se esterifican los glicoles de alquileo allí presentes o formados, respectivamente el óxido de alquileo se transforma directamente con alcohol en glicoles de alquileo, de tal manera que se obtienen como productos principales los correspondientes mono o diéteres de los glicoles de alquileo.

20 Con el procedimiento conforme a la invención puede prescindirse de un complicado tratamiento del compuesto reactivo acuoso que procede de la primera instalación parcial, ya que éste se introduce directamente en la segunda instalación parcial. Un tratamiento del agua usada o generada en el procedimiento conjunto y, dado el caso, del disolvente orgánico presente puede omitirse para la primera instalación parcial y llevarse a cabo enteramente después de recorrer la segunda instalación parcial. Esto hace posible un ahorro considerable de energía y costes
25 de inversión.

El agua extraída de la segunda instalación parcial y el disolvente orgánico presente, dado el caso en restos, se alimenta de forma preferida a un tratamiento de aguas residuales. El agua, sin embargo, también puede conducirse parcialmente en el circuito y alimentarse al menos proporcionalmente, junto con el agua procedente de la primera instalación parcial, a la segunda instalación parcial. Una realimentación del agua que procede de la
30 segunda instalación parcial se prefiere en especial si tiene que interrumpirse o reducirse el funcionamiento de la primera instalación parcial. También el disolvente orgánico evacuado desde la segunda instalación parcial puede conducirse, después de una separación, total o parcialmente en el circuito y alimentarse al menos proporcionalmente, junto con disolvente orgánico fresco, a la primera instalación parcial.

35 Los glicoles de alquileo que proceden de la primera instalación parcial se combinan en la segunda instalación parcial con los glicoles de alquileo producidos en la misma y se tratan en la segunda instalación parcial, de forma preferida mediante rectificación.

Los éteres de glicol de alquileo que proceden de la primera instalación parcial se combinan en la segunda instalación parcial con los éteres de glicol de alquileo producidas en la misma y, tras abandonar la segunda instalación parcial, o bien se evacuan con el agua y dado el caso se rechazan a continuación después de la separación de disolventes orgánicos, o estos éteres de glicol de alquileo se separan como desecho reciclable, después de abandonar la segunda instalación parcial, del agua y del disolvente orgánico que pudiera presentarse, y después de tratan, de forma preferida mediante rectificación.

40 Si la reacción en la segunda instalación parcial se realiza de tal manera, que de los glicoles de alquileo allí presentes o formados se obtienen principalmente éteres de glicol de alquileo, los éteres de glicol de alquileo que proceden de la primera instalación parcial se combinan en la segunda instalación parcial con los éteres de glicol de alquileo producidos en la misma y se tratan en la segunda instalación parcial, de forma preferida mediante rectificación. La presente invención se refiere a un procedimiento para producir óxido de alquileo y glicoles de alquileo en una instalación integrada con una primera instalación parcial para producir óxido de alquileo, que presenta al menos un reactor de óxido de alquileo R1 así como un dispositivo separador A post-conectado y dado
45 el caso un dispositivo separador B post-conectado al mismo, que se componen fundamentalmente de columnas de rectificación, y unida a la primera instalación parcial una segunda instalación parcial para producir glicoles de alquileo, que presenta al menos un reactor de glicol de alquileo R2 así como al menos un dispositivo separador C post-conectado y, post-conectado al mismo, al menos un dispositivo separador D, en donde el procedimiento presenta los pasos siguientes:

55 i) producción de óxido de alquileo mediante la transformación de C₂-C₆-olefina con un medio oxidante

pueda producirse con independencia de la formación de agua de proceso, prever para esta instalación la posibilidad de una realimentación de agua. También la primera instalación parcial sólo puede hacerse funcionar con la recuperación de glicol de alquileno en la segunda instalación parcial, por medio de que p.ej. se bloquee la corriente parcial d.

5 El planteamiento conforme a la invención posee varias ventajas: en general es ventajoso post-conectar a la instalación de óxido de alquileno una instalación de glicol de alquileno, ya que después al menos una corriente parcial del óxido de alquileno producido puede contener todavía agua. De este modo el óxido de alquileno previsto para la producción de glicol de alquileno no es imprescindible que se extraiga de la cabeza de una columna de limpieza de óxido de alquileno, sino que puede usarse una evacuación lateral. De este modo pueden ahorrarse tanto costes de inversión (la parte por encima de la evacuación lateral puede dimensionarse más pequeña) como los costes de funcionamiento (un elevado reflujo sólo es necesario para el óxido de alquileno sin agua). Si en lugar del mayor reflujo se usara un tamiz modular para la separación en fino del agua, sólo es necesario tratar el porcentaje del óxido de alquileno para el que se desea la "ausencia de agua".

10 Otras ventajas son el aprovechamiento ya citada del glicol de alquileno producido durante la producción de óxido de alquileno, el tratamiento de aguas residuales más sencillo, el uso directo de la energía reactiva para la vaporización de las aguas residuales así como la reducción de la cantidad de aguas residuales.

15 En una forma de realización preferida del procedimiento conforme a la invención no se necesita ningún tratamiento específico de aguas residuales para el compuesto de agua de proceso procedente de la primera instalación parcial; el agua de proceso procedente de la primera instalación parcial se transfiere aquí por completo a la segunda instalación parcial y se trata en una instalación de limpieza de aguas residuales, post-conectada a la segunda instalación parcial.

20 Las dos instalaciones parciales no necesitan ninguna gran modificación en comparación con instalaciones de funcionamiento individual. En comparación con una instalación de óxido de alquileno aislada con tratamiento de aguas residuales post-conectado, para el procedimiento conforme a la invención sólo se necesita adicionalmente una parte de la segunda parte de instalación. A este respecto se trata fundamentalmente del reactor para la producción del glicol de alquileno así como del dispositivo separador para los di y triglicoles de alquileno, que pueden dimensionarse relativamente pequeños a causa de la buena capacidad de separación de los glicoles de alquileno mono, di y triméricos y de la reducida corriente volumétrica.

25 En la primera instalación parcial puede llevarse a cabo cualquier procedimiento para la producción de óxidos de alquileno a partir de alquenos y medios oxidantes. Como procedimientos para grandes sistemas tecnológicos se conocen el procedimiento de clorohidrina, la reacción de prileschajew así como el procedimiento HPPO.

30 En el procedimiento de clorohidrina se transforma alqueno con cloro en la clorohidrina correspondiente, y en la fase acuosa alcalina una parte de la clorohidrina se transforma en óxido de alquileno. En la reacción de prileschajew se transforma en óxido de alquileno un alqueno a través de la transformación con un hidroperóxido. En el procedimiento HPPO se transforma en óxido de alquileno un alqueno con un peróxido, de forma preferida con peróxido de hidrógeno.

35 En el procedimiento conforme a la invención se emplean C_2 - C_6 -olefinas. Se emplean de forma preferida alfa-olefinas. Ejemplos de ello son etileno, propileno, alfa-buteno, alfa-penteno o alfa-hexeno.

40 De forma especialmente preferida se emplea el procedimiento conforme a la invención para producir óxido de etileno y glicoles de etileno, como glicol de etileno, diglicol de etileno y triglicol de etileno.

De forma muy especialmente preferida se emplea el procedimiento conforme a la invención para producir óxido de propileno y glicoles de propileno, como glicol de propileno, diglicol de propileno y triglicol de propileno.

45 La producción del óxido de alquileno se realiza en la fase líquida. A este respecto se emplea el medio oxidante de forma preferida en solución acuosa o acuosa-alcohólica, por ejemplo como solución acuosa de un peróxido, como peróxido de hidrógeno, o un hidroperóxido, como hidroperóxido de benzoilo. La verdadera reacción se desarrolla en la fase líquida. A este respecto entran en cuestión de forma preferida agua o líquidos polares orgánicos que pueden mezclarse con agua, en especial alcoholes. El sistema reactivo puede ser mono o multifásico en función de la concentración de compuestos individuales. De este modo por ejemplo una solución acuosa del medio oxidante, con un alcohol como disolvente y con el producto de partida, puede formar un compuesto reactivo mono o bifásico. Además de esto se emplea normalmente también un catalizador; éste puede estar suspendido como sustancia sólida en el compuesto reactivo y/o estar dispuesto en forma de un lecho de sustancia sólida.

50 En una variante preferida del procedimiento conforme a la invención en el paso i) se transforma propileno catalíticamente en óxido de propileno con un peróxido o hidroperóxido en una fase líquida, de forma preferida

acuosa o acuosa-alcohólica. De forma muy especialmente preferida se emplea con ello peróxido de hidrógeno como medio oxidante. También de forma especialmente preferida la transformación se lleva a cabo en metanol.

5 La primera parte de instalación comprende un reactor de óxido de alquileo para la transformación en óxido de alquileo así como un dispositivo separador A para recuperar el material de partida no transformado y dado el caso otros componentes del compuesto reactivo que pueden separarse de este modo, como disolvente orgánico y agua, y dado el caso un dispositivo separador B post-conectado al dispositivo separador A para separar el óxido de alquileo formado del agua y del disolvente orgánico dado el caso presente, como metanol, así como de otros componentes del compuesto reactivo.

10 En la primera instalación parcial puede emplearse cualquier reactor de óxido de alquileo. Pueden usarse uno o varios reactores de este tipo, que pueden estar conectados en paralelo o consecutivamente. De forma preferida en la primera instalación parcial se emplea un reactor de óxido de alquileo, de forma muy preferida dos o tres reactores de óxido de alquileo, que están conectados en serie. Si en esta descripción se habla a partir de ahora del o de un reactor de óxido de alquileo, deben entenderse dentro de eso uno o varios reactores de óxido de alquileo en cualquier conexionado.

15 En la primera instalación parcial puede emplearse cualquier dispositivo separador A y dado el caso B. Los dispositivos separadores pueden estar compuesto por una o varias unidades; éstas pueden estar conectadas en paralelo o consecutivamente. De forma preferida en la primera instalación parcial se emplean dispositivos separadores A y B, que se componen respectivamente de varias unidades.

20 Los reactores de óxido de alquileo R1 que se emplean preferiblemente son reactores de haz de tubos. Los dispositivos separadores A y B que se emplean preferiblemente son columnas de rectificación. Los dispositivos separadores A y B se componen de forma preferida respectivamente de una o varias columnas de rectificación. De este modo en una variante de procedimiento preferida en primer lugar puede separarse del compuesto reactivo el material de partida no transformado, en un dispositivo separador A que está configurado aquí como columna de rectificación. La olefina separada puede contener con ello otros componentes del compuesto reactivo, que
25 presentan un punto de ebullición similar al de la olefina, respectivamente forman un azeótropo con la misma. Estos componentes pueden separarse en una columna de rectificación post-conectada o en otra etapa de limpieza de la olefina, que a continuación se realimenta de forma preferida al proceso de producción de óxido de alquileo, y de forma preferida pueden alimentarse a la combustión.

30 Después de la separación de la olefina a partir del compuesto reactivo, este último se sigue limpiando a continuación de forma preferida en otra serie de columnas de rectificación como dispositivo separador B. Alternativamente puede prescindirse de esta etapa y el compuesto reactivo liberado de olefina puede alimentarse directamente al reactor de glicol de alquileo. Sin embargo, de forma preferida se usa un dispositivo separador B. En una columna de rectificación el óxido de alquileo se separa como producto de cabeza y/o como evacuación lateral (corriente parcial c), dado el caso con otros componentes del compuesto reactivo con un punto de ebullición
35 similar o con componentes que forman azeótropos. En otra columna de rectificación se separa de forma preferida una gran parte del disolvente orgánico (p.ej. metanol) del compuesto reactivo remanente se somete a otra destilación, p.ej. en otra columna de rectificación, para separar el disolvente orgánico del agua y de otros componentes del compuesto reactivo. El disolvente orgánico obtenido de nuevo de esta forma se realimenta de forma preferida al reactor de óxido de alquileo R1 (corriente parcial h). El producto residual de esta variante de
40 procedimiento preferida se alimenta como corriente parcial c al reactor de glicol de alquileo, en donde a esta corriente parcial d puede añadirse el agua que se produce en las etapas anteriores del tratamiento.

De forma preferida se conduce al menos una parte del óxido de alquileo formado en el reactor de óxido de alquileo hasta el reactor de glicol de alquileo de la segunda instalación parcial.

45 En una variante de procedimiento alternativa una parte de la corriente parcial b, procedente del dispositivo separador A, y/o un disolvente orgánico puede alimentarse directamente al reactor de glicol de alquileo y el resto de la corriente parcial b se somete a un tratamiento adicional en el dispositivo separador B, en donde la corriente parcial d obtenida con ello puede introducirse también en el reactor de glicol de alquileo.

50 En otra variante de procedimiento alternativa en el dispositivo separador B no se produce ninguna división entre agua y disolvente orgánico, sino que ambas sustancias se introducen juntas en el reactor de glicol de alquileo. Esta variante de procedimiento se usa después de forma preferida, si aparte de glicoles de alquileo se busca como desecho reciclable un elevado porcentaje de éteres de glicol de alquileo.

En una variante de procedimiento preferida se usan como dispositivo separador B una serie de columnas de rectificación, en donde de una de ellas se extrae una parte del óxido de alquileo a través de la cabeza de columna, otra parte como evacuación lateral y en donde al menos un producto residual forma la corriente parcial d.

De forma preferida se elimina entre el reactor de óxido de alquileo y el reactor de glicol de alquileo el medio oxidante no transformado en el reactor de óxido de alquileo, de forma preferida el peróxido no transformado, en especial el peróxido de hidrógeno no transformado, mediante la adición de un medio reductor o de un catalizador de descomposición. Para ello entre el reactor de óxido de alquileo y el reactor de glicol de alquileo se encuentra además un dispositivo para eliminar el medio oxidante no transformado en el reactor de óxido de alquileo. Este dispositivo puede estar aplicado en diferentes posiciones entre el reactor de óxido de alquileo y el reactor de glicol de alquileo. Si la corriente parcial b y/o la corriente parcial d contiene grandes cantidades de disolvente orgánico, como metanol, y éste se separa de la corriente parcial afectada antes de introducirse en el reactor de glicol de alquileo, el dispositivo para eliminar el medio oxidante no transformado se encuentra delante del dispositivo separador para el disolvente orgánico.

En la segunda instalación parcial puede llevarse a cabo cualquier procedimiento para producir glicoles de alquileo así como dado el caso éteres de glicol de alquileo a partir de óxidos de alquileo. Normalmente se trata con ello de transformaciones de óxido de alquileo con agua en un medio neutro, alcalino o ácido. Estos procedimientos se llevan acabo de forma preferida sin el empleo de catalizadores o con el empleo de catalizadores ácidos, como ácidos, p.ej. ácidos minerales, o resinas ácidas de intercambio de iones. Los procedimientos de este tipo y los catalizadores apropiados para ellos son conocidos por el técnico.

Si en la segunda instalación parcial se busca, aparte de la formación de glicoles de alquileo, principalmente la reacción ulterior para obtener éteres de glicol de alquileo, esto se realiza en un medio acuoso-alcohólico, de forma preferida en un medio acuoso-metalónico con un excedente de metanol. La transformación puede realizarse también en este caso con valores de pH ácidos, neutros o alcalinos.

Se prefiere un procedimiento en el que la corriente parcial d procedente del dispositivo separador B y/o la corriente parcial b procedente del dispositivo separador B y/o la corriente parcial b procedente del dispositivo separador A, o una parte de ellas, se combine antes de introducirse en el reactor de glicol de alquileo R2 con una parte de la corriente parcial e procedente del dispositivo separador C, es decir el dispositivo separador para agua.

Asimismo se prefiere un procedimiento, en el que la corriente parcial b y/o un disolvente orgánico se introduce en el reactor de glicol de alquileo y en el que la división del compuesto reactivo, que abandona el reactor de glicol de alquileo y contiene glicoles de alquileo y dado el caso éteres de glicol de alquileo, se realiza en el dispositivo separador C, de tal manera que la corriente parcial e se compone fundamentalmente del agua contenida en el compuesto reactivo y se compone dado el caso de éteres, que se han formado con partes del óxido de alquileo y otros componentes del compuesto reactivo, y en el que la corriente parcial f se compone fundamentalmente del disolvente orgánico contenido en el compuesto reactivo y dado el caso de éteres, que se han formado con partes del óxido de alquileo y otros componentes del compuesto reactivo.

El óxido de alquileo necesario para producir los glicoles de alquileo puede proceder de cualquier fuente. Se prefiere un procedimiento en el que el óxido de alquileo introducido en el reactor de glicol de alquileo R2 procede total o parcialmente de la primera instalación parcial.

En la segunda instalación parcial puede emplearse cualquier reactor de glicol de alquileo R2. Pueden usarse uno o varios reactores de este tipo, que pueden estar conectados en paralelo o consecutivamente. De forma preferida en la segunda instalación parcial se emplea un reactor de glicol de alquileo R2, de forma muy preferida dos o tres reactores de glicol de alquileo R2, que están conectados en serie. Si en esta descripción se habla a partir de ahora del o de un reactor de glicol de alquileo R2, deben entenderse dentro de eso uno o varios reactores de glicol de alquileo R2 en cualquier conexionado.

En la segunda instalación parcial puede emplearse cualquier dispositivo separador C y D. Los dispositivos separadores pueden estar compuesto por una o varias unidades; éstas pueden estar conectadas en paralela o consecutivamente. De forma preferida en la segunda instalación parcial se emplean dispositivos separadores C y D, que se componen respectivamente de varias unidades.

Los reactores de glicol de alquileo que se emplean preferiblemente son reactores de tubos. Los dispositivos separadores C y D que se emplean preferiblemente son columnas de rectificación. En el caso de los dispositivos separadores C y D se emplean también de forma preferida vaporizadores de capas finas. También pueden emplearse combinaciones de columnas de rectificación y vaporizadores de capas finas.

El compuesto reactivo expulsado desde el reactor de glicol de alquileo se libera a continuación, en el dispositivo separador C, del agua contenida en el mismo y dado el caso de las sales y de otras sustancias sólidas contenidas en el mismo. En función de la técnica de separación empleada puede presentarse con ello en el agua separada otros componentes contenidos en el compuesto reactivo, como el disolvente orgánico usado para la reacción y subproductos, por ejemplo en el caso de la separación destilativa componentes con un punto de ebullición similar como agua, o componentes que forman con el agua un azeótropo. Es importante que en el agua separada no esté

5 contenido o el menor posible porcentaje de los desechos reciclables glicol de alquileño y – si se busca además la producción de éteres de glicol de alquileño – que no esté contenido o el menor posible porcentaje de los desechos reciclables éter de glicol de alquileño. La separación del agua a partir del compuesto reactivo expulsado del reactor de glicol de alquileño puede realizarse destilativamente, de forma preferida en columnas de rectificación, o mediante filtrado por membrana o con otras técnicas de separación adecuadas. El agua separada, dado el caso combinada con otros componentes separados de este modo del compuesto reactivo, forma la corriente parcial e. Las sales separadas dado el caso y otras sustancias sólidas, combinadas con otros componentes separados de este modo del compuesto reactivo, forman la corriente parcial i. Los éteres de glicol de alquileño dado el caso presentes pueden separarse en esta etapa parcialmente; se separan principalmente éteres de monoglicol de alquileño, que forman la corriente parcial j. Los éteres de glicol de alquileño superiores se presentan principalmente en la fracción de glicol de alquileño, en donde dado el caso pueden separarse posteriormente.

15 De forma preferida el dispositivo separador C, para separar el agua del compuesto reactivo expulsado desde el reactor de glicol de alquileño, se compone de varias columnas de rectificación conectadas en paralelo así como de forma preferida de al menos una columna de rectificación post-conectada. En las columnas de rectificación conectadas en paralelo se introducen respectivamente partes del compuesto reactivo expulsado desde el reactor de glicol de alquileño R2. A este respecto, en una forma de realización especialmente preferida, se aprovecha energía térmica procedente de la cabeza de al menos una columna de rectificación para calentar el residuo de al menos otra columna de rectificación y las columnas de rectificación se hacen funcionar a diferentes presiones, de tal manera que el producto de cabeza se compone respectivamente de agua y componentes orgánicos. Alternativamente puede aprovecharse una parte de la energía térmica para el calentamiento de otras columnas en la primera instalación parcial y/o de la segunda instalación parcial, por ejemplo para el calentamiento de columnas para dividir los glicoles de alquileño. Los productos residuales que contienen agua, procedentes de las columnas de rectificación conectadas en paralelo, se introducen de forma preferida en la columna de rectificación post-conectada y allí se separa el agua restante.

25 Para el caso en el que en el reactor de glicol de alquileño se hayan introducido la corriente parcial b y/o la corriente parcial d que contienen entre otras cosas grandes cantidades de disolvente orgánico, y/o de que al reactor de glicol de alquileño se haya alimentado disolvente orgánico procedente de otras fuentes, en el dispositivo separador C se separa de forma preferida, aparte del agua, también el disolvente orgánico del compuesto reactivo. La separación del disolvente orgánico puede realizarse antes o después de la separación del agua. También aquí pueden presentarse con ello, en función de la técnica de separación empleada, otros componentes contenidos en el compuesto reactivo, como agua o subproductos en el disolvente orgánico separado, por ejemplo en el caso de una separación destilativa componentes con un punto de ebullición similar, como el disolvente orgánico. Aquí también es importante que en el disolvente orgánico separado no esté contenido o el menor posible porcentaje de los desechos reciclables glicol de alquileño y dado el caso éter de glicol de alquileño. La separación del disolvente orgánico a partir del compuesto reactivo expulsado del reactor de glicol de alquileño puede realizarse también destilativamente, de forma preferida en columnas de rectificación, o mediante filtrado por membrana o con otras técnicas de separación adecuadas. El disolvente orgánico separado forma la corriente parcial f.

40 En una variante de procedimiento preferida la división del compuesto reactivo, que abandona el reactor de glicol de alquileño y contiene glicoles de alquileño se realiza en el dispositivo separador C de tal manera, que la corriente parcial e se compone fundamentalmente del agua contenida en el compuesto reactivo y, dado el caso, de partes reducidas de disolvente orgánico y éteres, que se han formado con partes del óxido de alquileño y otros componentes del compuesto reactivo.

45 El agua separada como corriente parcial e, o bien se expulsa completamente de la instalación y por ejemplo se alimenta a una limpieza biológica de aguas residuales, o una parte del agua separada se realimenta de nuevo a la entrada del reactor de glicol de alquileño y se reúne con el agua procedente de la corriente parcial b y/o de la corriente parcial d, que procede de la primera parte de instalación. La corriente parcial i dado el caso separada se expulsa de la instalación para su evacuación o se sigue tratando. La corriente parcial j dado el caso separada se usa como desecho reciclable o se somete a otro tratamiento.

50 En otra variante de procedimiento preferida la división del compuesto reactivo, que abandona el reactor de glicol de alquileño y contiene glicoles de alquileño, en el dispositivo separador C se realiza de tal manera, que se produce una corriente parcial e así como una corriente parcial f, que se compone fundamentalmente del disolvente orgánico contenido en el compuesto reactivo y dado el caso de pequeñas partes de agua y éteres, que se han formado con partes del óxido de alquileño y otros componentes del compuesto reactivo. Dado el caso pueden separarse en esta etapa de separación C sales y otras sustancias sólidas, p.ej. componentes de catalizador, que forman la corriente parcial i, respectivamente pueden separarse éteres de monoglicol de alquileño, que forman la corriente parcial j.

55 En una variante especialmente eficiente energéticamente del procedimiento conforme a la invención el dispositivo separador C presenta al menos una columna de rectificación, en la que se separa una gran parte del agua

presente, de forma preferida del 90 al 98 % del agua presente, y existe otra columna de rectificación en la que se separa el resto del agua.

El disolvente orgánico separado de la corriente parcial f se realimenta directamente, o de forma preferida después de otra limpieza, al reactor de óxido de alquileno.

5 La corriente parcial g que ha permanecido después de la separación de la corriente parcial e, dado el caso de la corriente parcial i y/o j y dado el caso de la corriente parcial f, contiene glicoles de alquileno y dado el caso éteres de glicol de alquileno. A este respecto se trata de una mezcla de diferentes glicoles de alquileno y dado el caso de diferentes éteres de glicol de alquileno así como de otros componentes del compuesto reactivo, por ejemplo sales, subproductos orgánicos y residuos de catalizador. La división de los glicoles de alquileno y de los éteres de glicol de alquileno que pudieran existir puede realizarse según cualquier procedimiento conocido por el técnico. Normalmente se emplean para ello columnas de rectificación.

10 En otra variante preferida se usa un dispositivo de separación para glicol de alquileno con varias etapas conectadas consecutivamente, en donde en la primera etapa se separa el glicol de alquileno, en la segunda etapa el diglicol de alquileno y en una tercera etapa dado el caso existente el triglicol de alquileno, dado el caso junto con otros productos con punto de ebullición medio o alto, y en donde el producto residual que permanece en la última etapa se expulsa de la instalación.

15 Si la corriente parcial g a limpiar contiene, aparte de glicol de alquileno, grandes porcentajes de éteres de glicol de alquileno, estos pueden separarse también en el dispositivo de separación para glicoles de alquileno con varias etapas conectadas consecutivamente. En el caso de presentarse éteres de glicol de alquileno pueden preverse otras etapas. El producto residual que permanece en la última etapa se expulsa de la instalación.

20 Es especialmente preferido un procedimiento, en el que se usa un dispositivo separador D para glicol de alquileno y para éter de glicol de alquileno, en donde en la primera etapa se separa el glicol de alquileno y dado el caso éteres de glicol de alquileno, en una segunda etapa el diglicol de alquileno, en una tercera etapa éter de triglicol de alquileno, en una cuarta etapa dado el caso existente el triglicol de alquileno, dado el caso junto con otros productos con punto de ebullición medio o alto, y en donde el producto residual que permanece se expulsa de la instalación.

25 En el caso de las etapas para dividir los glicoles de alquileno y dado el caso los éteres de glicol de alquileno se trata de forma preferida de una serie de columnas de rectificación conectadas en serie.

30 Alternativamente a esto los glicoles de alquileno pueden dividirse en columnas de rectificación con evacuaciones de cabeza y laterales. El término columna de rectificación incluye también columnas de paredes separadoras en el marco de la presente exposición.

La invención se refiere además a una instalación para producir óxido de alquileno y glicoles de alquileno y dado el caso éteres de glicol de alquileno, con los siguientes elementos:

- A) primera instalación parcial para producir óxido de alquileno,
- 35 B) segunda instalación parcial para producir glicoles de alquileno y dado el caso éteres de glicol de alquileno, en donde

40 la primera instalación parcial está unida a la segunda instalación parcial y presenta al menos un conducto, a través del cual se introduce el compuesto reactivo que parte de la primera instalación parcial y presenta al menos agua, glicoles de alquileno y éteres de glicol de alquileno, desde la primera instalación parcial a la segunda instalación parcial, así como los elementos C) a F), en donde

- C) La primera instalación parcial presenta al menos un reactor de óxido de alquileno R1 así como un dispositivo separador A post-conectado para dividir el compuesto reactivo que abandona el reactor de óxido de alquileno en una corriente parcial a, que contiene fundamentalmente C₂-C₆-olefina y dado el caso otros componentes separados con la misma del compuesto reactivo y en una corriente parcial b que contiene agua, óxido de alquileno, glicol de alquileno y otros componentes del compuesto reactivo así como dado el caso disolvente orgánico, y dado el caso un dispositivo separador B post-conectado al dispositivo separador A para dividir la corriente parcial b en una corriente parcial c que contiene fundamentalmente óxido de alquileno y, dado el caso, otros componentes separados con el mismo del compuesto reactivo y en una corriente parcial d que contiene agua, glicol de alquileno y otros componentes del compuesto reactivo así como dado el caso disolvente orgánico,

- D) la segunda instalación parcial presenta al menos un reactor de glicol de alquileno R2 así como al menos un dispositivo separador C post-conectado y post-conectado al mismo al menos un dispositivo separador

- 5 D, en donde en el dispositivo separador C se divide el compuesto reactivo que abandona el reactor de glicol de alquileno R2 en una corriente parcial e, compuesta fundamentalmente por el agua contenida en el compuesto reactivo y dado el caso otros componentes separados con el agua del compuesto reactivo, así como dado el caso adicionalmente en una corriente parcial f, que se compone fundamentalmente del disolvente orgánico contenido en el compuesto reactivo y dado el caso otros componentes separados con el disolvente orgánico del compuesto reactivo, y en una corriente parcial g formada por los glicoles de alquileno y las restantes partes del compuesto reactivo no transferidas a la corriente parcial e y a la corriente parcial f, así como dado el caso en una corriente parcial i que contiene sales y otras sustancias sólidas procedentes del compuesto reactivo, y/o dado el caso en una corriente parcial j que contiene éteres de mono glicol de alquileno,
- 10
- E) el reactor de glicol de alquileno R2 presenta al menos un conducto E para la alimentación de óxido de alquileno, en donde puede prescindirse de este conducto E) en el caso de la alimentación de la corriente parcial b al reactor de glicol de alquileno R2, y en donde
- 15 F) está previsto al menos un conducto F, a través del cual se introduce al menos una parte de la corriente parcial b y/o de la corriente parcial d, desde la primera instalación parcial, en el reactor de glicol de alquileno R2 de la segunda instalación parcial.

Las instalaciones parciales son conocidas por el técnico – como se ha explicado anteriormente – y se componen de componentes conocidos. El conexionado de estas instalaciones para formar una instalación integrada no se ha descrito hasta ahora.

- 20 En una variante preferida de la instalación conforme a la invención está previsto entre el reactor de óxido de alquileno R1 y el reactor de glicol de alquileno R2 un dispositivo en el que se elimina el medio oxidante no transformado en el reactor de óxido de alquileno R1.

25 En una forma de realización preferida de la instalación conforme a la invención está previsto un conducto (G), a través del cual se lleva al menos una parte de la corriente parcial e hasta una instalación de limpieza de aguas residuales.

En otra forma de realización preferida de la instalación conforme a la invención está previsto un conducto H), a través del cual se realimenta al reactor de óxido de alquileno R1 al menos una parte de la corriente parcial f, de forma preferida después de una limpieza adicional.

- 30 En otra forma de realización preferida de la instalación conforme a la invención está previsto un conducto I), a través del cual se realimenta al reactor de óxido de alquileno R1 al menos una parte de la corriente parcial a.

En otra forma de realización preferida de la instalación conforme a la invención está previsto un conducto J), a través del cual se realimenta a la entrada del reactor de glicol de alquileno R2 una parte de la corriente parcial e.

- 35 En otra forma de realización preferida de la instalación conforme a la invención está previsto un conducto K), a través del cual se expulsan de la instalación sales y otras sustancias sólidas contenidas en el compuesto reactivo como corriente parcial i.

En otra forma de realización preferida de la instalación conforme a la invención está previsto un conducto L), a través del cual se expulsan de la instalación éteres de monoglicol de alquileno como corriente parcial j.

- 40 Es especialmente preferida una instalación con conductos F) y J), en la que están previstos unos medios, con los que puede regularse la cantidad de las corrientes parciales introducidas a través de los conductos F) y J) en el reactor de glicol de alquileno.

En una instalación preferida se trata en el caso del dispositivo A de al menos un flash o al menos de un vaporizador, en donde la olefina se extrae dado el caso junto con otros productos de bajo punto de ebullición y el residuo forma la corriente parcial b.

- 45 En una instalación preferida se trata en el caso del dispositivo B de una columna de rectificación o de un grupo de columnas de rectificación conectadas entre sí, en donde el óxido de alquileno se extrae a través de la cabeza de columna así como dado el caso adicionalmente como evacuación lateral y en donde un producto residual forma la corriente parcial d.

En otras instalaciones preferidas el reactor de óxido de alquileno R1 en la primera instalación parcial es un reactor de haz de tubos y/o el reactor de glicol de alquileno R2 en la segunda instalación parcial es un reactor de tubos.

- 50 En otra instalación preferida el dispositivo separador D presenta varias etapas conectadas consecutivamente, en

donde en la primera etapa se separa el glicol de alquileo, en la segunda etapa el diglicol de alquileo y en una tercera etapa dado el caso existente el triglicol de alquileo, y en donde en la última etapa están previstos unos medios para la expulsión de la instalación del producto residual remanente; en estas etapas se trata de forma muy especial de columnas de rectificación.

- 5 Una instalación muy especialmente eficiente energéticamente presenta un dispositivo separador C, que esta etapa se compone de varias columnas de rectificación conectadas en paralelo o de vaporizadores conectados en serie. En el caso de usarse columnas de rectificación se introducen respectivamente partes del compuesto reactivo evacuado desde el reactor de glicol de alquileo; en el caso de usarse vaporizadores se introduce en el primer vaporizador por completo el compuesto reactivo evacuado desde el reactor de glicol de alquileo y a continuación en los siguientes vaporizadores. En esta variante de dispositivos separadores preferidos están previstos unos medios para aprovechar energía térmica desde la cabeza de al menos una columna de rectificación o de un vaporizador, para calentar el residuo de al menos otra columna de rectificación o de un vaporizador. La estructura de tales grupos de columnas o vaporizadores eficientes energéticamente es conocida por el técnico.

En la figura 1 se describe a modo de ejemplo un dispositivo conforme a la invención preferido.

- 15 Se ha representado una instalación compuesta por una primera instalación parcial para producir óxido de alquileo y por una segunda instalación parcial para producir glicoles de alquileo. La primera instalación parcial se compone en la forma de realización representada de un reactor de óxido de alquileo R1 así como de un dispositivo separador post-conectado A y un dispositivo separador B, post-conectado al mismo. La segunda instalación parcial se compone en la forma de realización representada de un reactor de glicol de alquileo R2, un dispositivo separador C post-conectado y un dispositivo separador D post-conectado al mismo.

En el reactor de óxido de alquileo se introducen productos de partida para la reacción de óxido de alquileo (designada esquemáticamente con EG). La corriente de producto P1 procedente del reactor de óxido de alquileo R1 se introduce en el dispositivo separador A y allí se divide en una corriente parcial a que contiene fundamentalmente C₂-C₆-olefina y dado el caso otros componentes separados con la misma del compuesto reactivo y en una corriente parcial b que contiene agua, óxido de alquileo, glicol de alquileo y otros componentes del compuesto reactivo así como dado el caso un disolvente orgánico. La corriente parcial a se realimenta al reactor de óxido de alquileo R1, dado el caso tras la separación de los componentes no olefínico. La corriente parcial b se introduce como corriente parcial b2 directamente en el dispositivo separador B y allí se divide en una corriente parcial c que contiene fundamentalmente óxido de alquileo y dado el caso otros componentes separados con el mismo del compuesto reactivo, en una corriente parcial d que contiene agua, glicol de alquileo y otros componentes del compuesto reactivo así como dado el caso un disolvente orgánico, y dado el caso en una corriente parcial LM que contiene fundamentalmente un disolvente orgánico. La corriente parcial LM se realimenta al reactor de óxido de alquileo R1. La corriente parcial c puede expulsarse de la instalación como producto listo para la venta o se introduce de forma preferida, total o parcialmente, como corriente parcial AO1 en el reactor de glicol de alquileo R2. Alternativamente puede introducirse óxido de alquileo procedente de otras fuentes AO2 en el reactor de glicol de alquileo R2. La corriente parcial b puede conducirse en una forma de realización alternativa como corriente parcial b1 a lo largo del dispositivo separador B e introducirse directamente en el reactor de glicol de alquileo R2 o la corriente parcial b se divide en una corriente parcial b2, que se introduce en el dispositivo separador B, y otra corriente parcial b1, que se introduce directamente en el reactor de glicol de alquileo R2.

40 La corriente de producto P2 procedente del reactor de glicol de alquileo R2 se introduce en el dispositivo separador C y allí se divide en una corriente parcial e compuesta fundamentalmente por el agua contenida en el compuesto reactivo y dado el caso otros componentes separados con el agua del compuesto reactivo, dado el caso en una corriente parcial f compuesta fundamentalmente por el disolvente orgánico contenido en el compuesto reactivo y dado el caso otros compuestos separados con el disolvente orgánico del compuesto reactivo, y en una corriente parcial g formada por los glicoles de alquileo y las restantes partes del compuesto reactivo no transferidas a la corriente parcial e y a la corriente parcial f, así como dado el caso en una corriente parcial i que contiene sales y otras sustancias sólidas contenidas en el compuesto reactivo y/o dado el caso en una corriente parcial j que contiene éteres de monoglicol de alquileo. La corriente parcial f se realimenta, dado el caso tras otro tratamiento, en el reactor de óxido de alquileo R1. La corriente parcial e se alimenta a una instalación de tratamiento de aguas residuales no representada. Alternativamente puede realimentarse corriente parcial e, parcialmente como corriente parcial e1, al reactor de glicol de alquileo R2, dado el caso con la alimentación de agua fresca FW. Esto será en especial el caso si la primera parte de instalación no está en funcionamiento o sólo con una capacidad de producción reducida.

55 La corriente parcial g se introduce en el dispositivo separador D y allí se dividen los glicoles de alquileo contenidos en el mismo y dado el caso éteres de glicol de alquileo superiores. El dispositivo separador D lo abandonan corrientes parciales de diferentes glicoles de alquileo y dado el caso éteres de glicol de alquileo superiores (representadas como P3, P4 y P5), por ejemplo corrientes parciales de glicol de alquileo, diglicol de

alquileno y glicoles de alquileno superiores. En la figura se han representado tres corrientes parciales de desechos reciclables; sin embargo pueden producirse también menos o más de estas corrientes parciales según el modo de circulación. Además de esto se expulsa del dispositivo separador D una corriente parcial de productos de alto punto de ebullición P6.

5

REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para producir óxido de alquileo y glicoles de alquileo, y dado el caso éteres de glicol de alquileo, en una instalación integrada, con una primera instalación parcial para producir óxido de alquileo mediante la transformación de C₂-C₆-olefina con un medio oxidante en la fase líquida y que contiene agua, obteniéndose glicoles de alquileo como subproductos, y unida a la primera instalación parcial una segunda instalación parcial para producir glicoles de alquileo, y dado el caso éteres de glicol de alquileo, mediante la transformación de óxido de alquileo con agua y dado el caso alcohol en la fase líquida, en donde el compuesto reactivo, que procede de la primera instalación parcial y contiene al menos agua y glicoles de alquileo así como dado el caso éter de glicol de alquileo, se introduce desde la primera instalación parcial en la segunda instalación parcial, presentando la primera instalación parcial al menos un reactor de óxido de alquileo R1 así como un dispositivo separador A post-conectado y dado el caso un dispositivo separador B post-conectado al mismo, que se componen fundamentalmente de columnas de rectificación, y unida a la primera instalación parcial una segunda instalación parcial para producir glicoles de alquileo, que presenta al menos un reactor de glicol de alquileo R2 así como al menos un dispositivo separador C post-conectado y, post-conectado al mismo, al menos un dispositivo separador D, presentando el procedimiento los pasos siguientes :

- i) producción de óxido de alquileo mediante la transformación de C₂-C₆-olefina con un medio oxidante en la fase líquida en la primera instalación parcial,
- ii) división del compuesto reactivo que abandona el reactor de óxido de alquileo R1 en el dispositivo separador A en una corriente parcial a, que contiene fundamentalmente C₂-C₆-olefina y dado el caso otros componentes separados con la misma del compuesto reactivo, y en una corriente parcial b que contiene agua, óxido de alquileo, glicol de alquileo y otros componentes así como dado el caso disolvente orgánico,
- iii) dado el caso división de la corriente parcial b en el dispositivo separador B en una corriente parcial c, que contiene fundamentalmente óxido de alquileo y dado el caso otros componentes separados con el mismo del compuesto reactivo, y en una corriente parcial d que contiene agua, glicol de alquileo y otros componentes del compuesto reactivo así como dado el caso disolvente orgánico,
- iv) producción de glicoles de alquileo mediante la transformación de óxido de alquileo con agua en la fase acuosa, en la segunda instalación parcial, al
- v) introducir la corriente parcial b procedente del dispositivo separador A y/o la corriente parcial d procedentes del dispositivo separador B, dado el caso después de un ajuste del valor de pH, en el reactor de glicol de alquileo R2,
- vi) el óxido de alquileo procedente de la corriente parcial c y/o de otras fuentes se introduce en el reactor de glicol de alquileo R2, pudiendo prescindirse de este paso en el caso de que se introduzca la corriente parcial b procedente del dispositivo separador A en el reactor de glicol de alquileo R2,
- vii) se divide el compuesto reactivo que abandona el reactor de glicol de alquileo R2 y que contiene glicoles de alquileo y éteres de glicol de alquileo en el dispositivo separador C en una corriente parcial e, que contiene el agua contenida en el compuesto reactivo y dado el caso otros componentes separados con el agua del compuesto reactivo, así como dado el caso adicionalmente en una corriente parcial f compuesta fundamentalmente por los disolventes orgánicos contenidos en el compuesto reactivo y dado el caso otros compuestos separados con el disolvente orgánico del compuesto reactivo, y en una corriente parcial g formada por los glicoles de alquileo y las partes del compuesto reactivo, dado el caso no transferidas a la corriente parcial e y dado el caso tampoco a la corriente parcial f, así como dado el caso las sales contenidas en una corriente parcial i y otras sustancias sólidas procedentes del compuesto reactivo y dado el caso en una corriente parcial j que contiene éteres de mono-glicol de alquileo,
- viii) al menos una parte de la corriente parcial e se expulsa de la instalación y se lleva de forma preferida a una instalación de limpieza de aguas residuales y la parte de la corriente e, que se haya quedado dado el caso, se realimenta a la entrada del reactor de glicol de alquileo R2,
- ix) la corriente parcial f dado el caso presente se realimenta dado el caso, tras un tratamiento ulterior, al reactor de óxido de alquileo R1, y
- x) los glicoles de alquileo contenidos en la corriente parcial g se dividen en el dispositivo separador D.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** en la primera instalación parcial se transforma

propileno catalíticamente en óxido de propileno con un peróxido o hidroperóxido en una fase acuosa o acuosa-alcohólica, usándose como peróxido de forma preferida peróxido de hidrógeno.

5 3.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado porque** como dispositivo separador A se usa al menos un flash o un vaporizador, y porque como dispositivo separador B se usa al menos una columna de rectificación, en donde al menos una parte del óxido de alquileno se extrae a través de la cabeza, dado el caso una parte del óxido de alquileno como evacuación lateral, y porque un producto residual forma la corriente parcial d.

10 4.- Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** en la producción de glicoles de alquileno se realiza mediante transformación catalítica de óxido de alquileno con agua en una fase acuosa en el reactor de glicol de alquileno, en especial mediante transformación catalítica de óxido de alquileno con agua en una fase acuosa ácida en el reactor de glicol de alquileno, usándose como catalizador un ácido o un intercambiador de iones ácido.

15 5.- Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** la corriente parcial b en el dispositivo separador B se divide en una corriente parcial c y una corriente parcial d, porque la corriente parcial d y al menos una parte de la corriente parcial c se introducen desde el dispositivo separador B en el reactor de glicol de alquileno, combinándose dado el caso la corriente parcial d procedente del dispositivo separador B, antes de su introducción en el reactor de glicol de alquileno R2, con una parte de la corriente parcial e procedente del dispositivo separador C.

20 6.- Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** la división del compuesto reactivo, que abandona el reactor de glicol de alquileno R2 y contiene glicoles de alquileno, se realiza en el dispositivo separador C, de tal manera que la corriente parcial e se compone del agua contenida en el compuesto reactivo y dado el caso de éteres, que se han formado con partes del óxido de alquileno y otros componentes del compuesto reactivo.

25 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado porque** el dispositivo separador C se compone de varias columnas de rectificación conectadas en paralelo así como de forma preferida de al menos una columna de rectificación post-conectada, en donde en las columnas de rectificación conectadas en paralelo se introducen en cada caso partes del compuesto reactivo expulsado desde el reactor de glicol de alquileno R2, aprovechándose energía térmica procedente de la cabeza de al menos una columna de rectificación para calentar el residuo de al menos otra columna de rectificación y las columnas de rectificación se hacen funcionar a diferentes presiones, de tal manera que el producto de cabeza se compone en cada caso de agua y dado el caso de éteres y restos del disolvente orgánico y de restos de glicol de alquileno, e introduciéndose los productos de cabeza reunificados, 30 procedentes de forma preferida de las columnas de rectificación conectadas en paralelo, en la al menos una columna de rectificación post-conectada y allí se separa el agua contenida en la misma.

35 8.- Procedimiento según la reivindicación 6, **caracterizado porque** el dispositivo separador C se compone de varios vaporizadores conectados en serie, aprovechándose el calor de condensación de la corriente de vapor que sale de al menos un vaporizador para calentar el siguiente vaporizador respectivo y los vaporizadores se hacen funcionar a diferentes presiones, de tal manera que el producto de cabeza se compone en cada caso de agua y dado el caso de éteres y restos del disolvente orgánico y de restos de glicol de alquileno.

40 9.- Procedimiento según la reivindicación 1, **caracterizado porque** ese usa un dispositivo de separación D para glicol de alquileno con varias etapas conectadas consecutivamente, en donde en la primera etapa se separa el glicol de alquileno, en la segunda etapa el diglicol de alquileno y en una tercera etapa dado el caso existente el triglicol de alquileno, dado el caso junto con otros productos con punto de ebullición medio o alto, y porque el producto residual que permanece se expulsa de la instalación, estando las etapas formadas de forma preferida por columnas de rectificación.

10.- Instalación para producir óxido de alquileno y glicoles de alquileno y dado el caso éteres de glicol de alquileno, con los siguientes elementos:

- 45 A) primera instalación parcial para producir óxido de alquileno,
B) segunda instalación parcial para producir glicoles de alquileno y dado el caso éteres de glicol de alquileno, en donde

50 la primera instalación parcial está unida a la segunda instalación parcial y presenta al menos un conducto, a través del cual se introduce el compuesto reactivo que parte de la primera instalación parcial y presenta al menos agua, glicoles de alquileno y éteres de glicol de alquileno, desde la primera instalación parcial a la segunda instalación parcial, así como los elementos C) a F), en donde

- C) la primera instalación parcial presenta al menos un reactor de óxido de alquileno R1 así como un

- 5 dispositivo separador A post-conectado para dividir el compuesto reactivo que abandona el reactor de óxido de alquileno en una corriente parcial a, que contiene fundamentalmente C₂-C₆-olefina y dado el caso otros componentes separados con la misma del compuesto reactivo y en una corriente parcial b que contiene agua, óxido de alquileno, glicol de alquileno y otros componentes del compuesto reactivo así como dado el caso disolvente orgánico, y dado el caso un dispositivo separador B post-conectado al dispositivo separador A para dividir la corriente parcial b en una corriente parcial c que contiene fundamentalmente óxido de alquileno y, dado el caso, otros componentes separados con el mismo del compuesto reactivo y en una corriente parcial d que contiene agua, glicol de alquileno y otros componentes del compuesto reactivo así como dado el caso disolvente orgánico,
- 10 D) la segunda instalación parcial presenta al menos un reactor de glicol de alquileno R2 así como al menos un dispositivo separador C post-conectado y post-conectado al mismo al menos un dispositivo separador D, en donde en el dispositivo separador C se divide el compuesto reactivo que abandona el reactor de glicol de alquileno R2 en una corriente parcial e, compuesta por el agua contenida en el compuesto reactivo y dado el caso otros componentes separados con el agua del compuesto reactivo, así como dado el caso adicionalmente en una corriente parcial f, que se compone del disolvente orgánico contenido en el compuesto reactivo y dado el caso otros componentes separados con el disolvente orgánico del compuesto reactivo, y en una corriente parcial g formada por los glicoles de alquileno y las restantes partes del compuesto reactivo no transferidas a la corriente parcial e y a la corriente parcial f, así como dado el caso en una corriente parcial i que contiene sales y otras sustancias sólidas procedentes del compuesto reactivo, y/o dado el caso en una corriente parcial j que contiene éteres de mono glicol de alquileno,
- 15 E) el reactor de glicol de alquileno R2 presenta al menos un conducto E) para la alimentación de óxido de alquileno, pudiendo prescindirse de este conducto E) en el caso de la alimentación de la corriente parcial b al reactor de glicol de alquileno R2, y en donde
- 20 F) está previsto al menos un conducto F), a través del cual se introduce al menos una parte de la corriente parcial b y/o de la corriente parcial d, desde la primera instalación parcial, dado el caso después del ajuste del valor del pH, en el reactor de glicol de alquileno R2 de la segunda instalación parcial.
- 25 11.- Instalación según la reivindicación 10, **caracterizada porque** está previsto un conducto G), a través del cual se lleva al menos una parte de la corriente parcial e hasta una instalación de limpieza de aguas residuales, y/o porque está previsto un conducto H), a través del cual se realimenta al reactor de óxido de alquileno la corriente parcial f, de forma preferida después de una limpieza adicional, y/o está previsto un conducto I), a través del cual se realimenta al reactor de óxido de alquileno al menos una parte de la corriente parcial a, y/o porque está previsto un conducto J), a través del cual se realimenta a la entrada del reactor de glicol de alquileno una parte de la corriente parcial e, y/o porque está previsto un conducto K), a través del cual se expulsan de la instalación sales y otras sustancias sólidas contenidas en el compuesto reactivo como corriente parcial i, y/o porque está previsto un conducto L), a través del cual se expulsan de la instalación éteres de monoglicol de alquileno como corriente parcial j.
- 30 12.- Instalación según la reivindicación 11, **caracterizada porque** están previstos los conductos F) y J), y porque están previstos unos medios, con los que puede regularse la cantidad de las corrientes parciales conducidas a través de los conductos F) y J) en el reactor de glicol de alquileno.
- 35 13.- Instalación según la reivindicación 10, **caracterizada porque** existen el dispositivo separador A y el dispositivo separador B y son en cada caso una columna de rectificación o un grupo de columnas de rectificación conectadas entre sí, extrayéndose de forma preferida en el dispositivo separador B el óxido de alquileno a través de la cabeza de columna así como dado el caso adicionalmente como evacuación lateral, y formando un producto residual la corriente parcial d.
- 40 14.- Instalación según la reivindicación 10, **caracterizada porque** el reactor de óxido de alquileno R1 es un reactor de haz de tubos y/o porque el reactor de glicol de alquileno R2 es un reactor de tubos.
- 45 15.- Instalación según la reivindicación 10, **caracterizada porque** el dispositivo separador C presenta varias columnas de rectificación conectadas en paralelo, en la que se introducen en cada caso partes del compuesto reactivo que salen del reactor de glicol de alquileno, y porque están previstos unos medios para aprovechar energía térmica desde la cabeza de al menos una columna de rectificación para calentar el residuo de al menos otra columna de rectificación, o porque el dispositivo separador C presenta varios vaporizadores conectados en serie, porque el compuesto reactivo que sale del reactor de glicol de alquileno se introduce en el primer vaporizador, y porque están previstos unos medios para aprovechar el calor de condensación de la corriente de vapor que sale al menos de un vaporizador para calentar otro vaporizador, de forma preferida el siguiente
- 50
- 55

respectivo.

16.- Instalación según la reivindicación 10, **caracterizada porque** el dispositivo separador C presenta al menos una columna de rectificación, en la que se separa del 90 al 98 % del agua presente, y porque existe otra columna de rectificación en la que se separa el resto del agua.

5 17.- Instalación según la reivindicación 10, **caracterizada porque** el dispositivo de separación D presenta varias etapas conectadas consecutivamente, en donde en la primera etapa se separa el glicol de alquileno, en la segunda etapa el diglicol de alquileno y en una tercera etapa dado el caso existente el triglicol de alquileno, y dado el caso otros productos con punto de ebullición medio o alto, y en donde en la última etapa están previstos unos medios para la expulsión desde la instalación del producto residual remanente, en donde las etapas del dispositivo
10 separador D son de forma preferida columnas de rectificación.

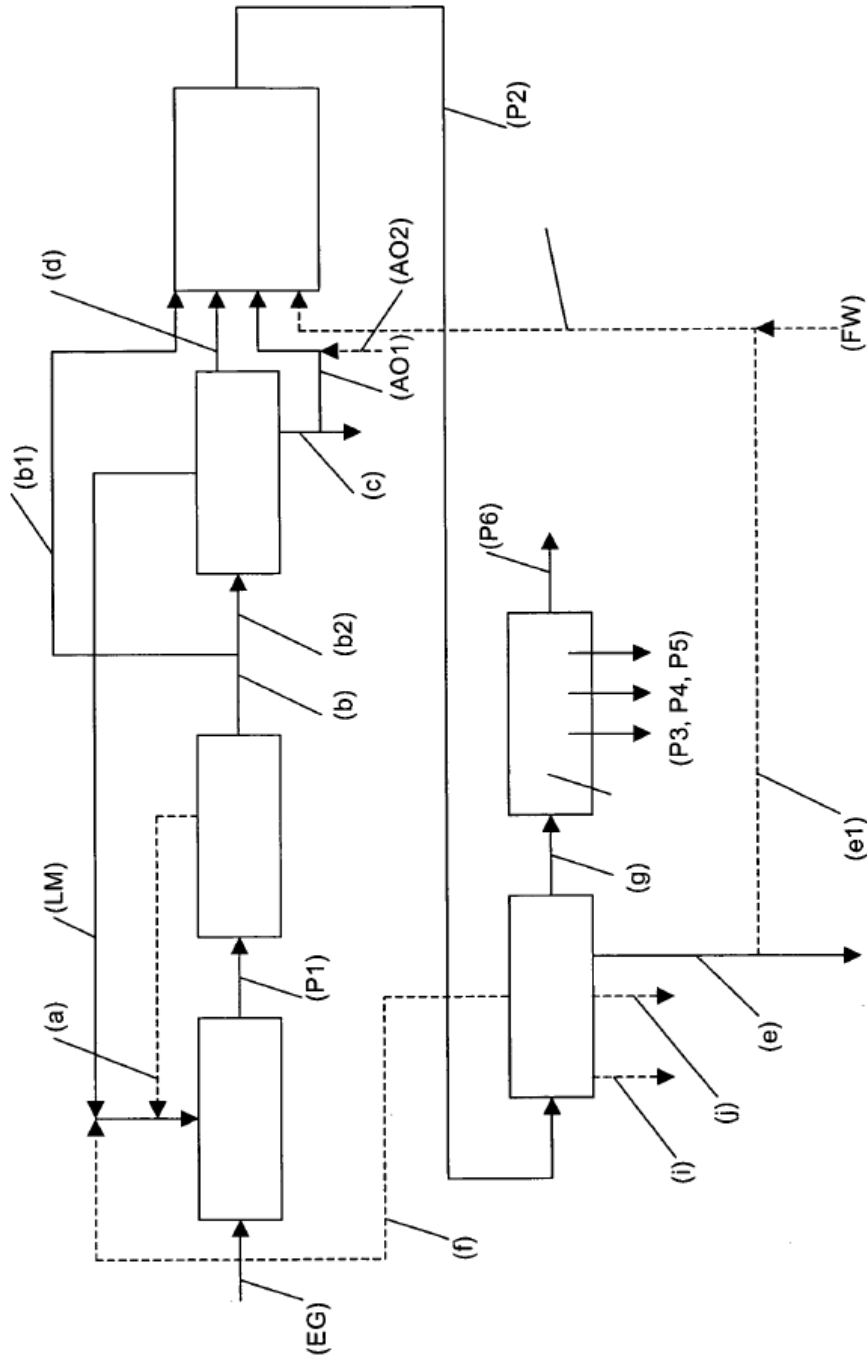


Figura 1