



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **2 571 037**

⑮ Int. Cl.:

B01D 3/00 (2006.01)
B01D 5/00 (2006.01)
B01D 3/14 (2006.01)

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑯ Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.06.2011 E 11726382 (2)**

⑰ Fecha y número de publicación de la concesión europea: **23.03.2016 EP 2590719**

④ Título: **Procedimiento para la destilación de líquidos sensibles a la temperatura**

⑩ Prioridad:

11.07.2010 DE 102010026835

⑮ Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
23.05.2016

⑬ Titular/es:

**AIR LIQUIDE GLOBAL E&C SOLUTIONS
GERMANY GMBH (100.0%)
Olof-Palme-Strasse 35
60439 Frankfurt am Main, DE**

⑭ Inventor/es:

**BAUER, JOCHEN;
CASTILLO-WELTER, FRANK;
KIRSTEN, KLAUS;
KREICH, MARKUS;
STEDEN, CHRISTOPH;
WALTER, DOMINIC y
ZEYEN, RUDOLF**

⑮ Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 571 037 T3

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

DESCRIPCIÓN

Procedimiento para la destilación de líquidos sensibles a la temperatura

La invención se refiere a un procedimiento para la destilación de líquidos sensibles a la temperatura, en especial, de ácido acrílico y sus ésteres, en el que el líquido se calienta y se evapora, al menos parcialmente, en una columna, en donde el vapor se hace pasar por un condensador previsto en el interior de la columna, en donde el vapor se condensa al menos parcialmente, y en el que el líquido condensado se retira, al menos parcialmente, de la columna.

El término destilación designa un procedimiento de separación térmica que sirve para separar una mezcla de diferentes sustancias mutuamente solubles entre sí. Para ello, en primer lugar, la mezcla inicial se lleva a ebullición. El vapor que se genera, que está formado por los diferentes componentes de la solución que se debe separar, se condensa en un condensador y, a continuación, se recoge el condensado líquido. La acción de separación se basa en la diferente composición del líquido en ebullición y del vapor gaseoso, para lo que se requieren diferentes puntos de ebullición de los componentes que se deben separar.

Como sustancias sensibles a la temperatura se consideran aquellos compuestos que, al superar su punto de ebullición en 10 a 50°C, tienden a degradarse y/o a polimerizar. Un ejemplo de sustancia sensible a la temperatura de este tipo es el ácido acrílico ($C_3H_4O_2$) que tiende a polimerizar de manera explosiva (enthalpía de polimerización = 75 kJ/mol). Por consiguiente, para su almacenamiento a temperaturas de aproximadamente 20°C, el ácido acrílico se mezcla previamente con un inhibidor para limitar la velocidad de polimerización. En la destilación del ácido acrílico, el objetivo es alcanzar en la parte inferior de la columna temperaturas habitualmente menores de 100°C, simultáneamente con tiempos de permanencia cortos.

El documento US 4.404.062 describe una columna con múltiples condensadores dispuestos fuera de la columna, en donde al menos uno de los primeros condensadores de circulación está configurado como condensador de reflujo. Como producto se considera únicamente el condensado del último condensador de flujo, por lo que el producto posee una gran pureza.

El documento EP 1097742 A1 describe un procedimiento para la destilación de ácido acrílico, en el que los vapores que se forman en la columna de destilación pasan desde la cabeza de la columna a un condensador situado en el exterior, por lo general, un condensador de haz de tubos, en el que se condensa una parte principal. Las sustancias de bajo punto de ebullición, es decir, componentes con un punto de ebullición menor que el ácido acrílico, se condensan en un condensador secundario, en donde los condensadores se hacen funcionar con agua de refrigeración en el intervalo de temperatura entre 30 y 50°C.

El documento EP 1475364 A1 trata igualmente sobre la destilación de ácido acrílico o sus ésteres y describe de manera especial la adición ya en la columna de destilación de un inhibidor de la polimerización, y el modo en que se puede prevenir así eficazmente una polimerización en la columna. En este caso, el condensador también está dispuesto fuera de la columna.

El documento US 6.596.129 B1 describe también una columna con condensadores situados en el exterior.

Una columna con un condensador exterior es cara, especialmente cuando se utiliza un condensador de haz de tubos. En los procedimientos en los que se lleva a cabo la destilación con alto vacío son especialmente costosos. Los elevados costes se originan porque los conductos de vapor entre la columna y el condensador deben tener un diámetro muy grande a causa de la presión reducida (debida al alto vacío) y la baja densidad de los gases (y, también, muy altas velocidades de los gases) que se produce como consecuencia. En estos casos, los conductos tubulares tienen típicamente diámetros en el intervalo entre 0,8 y 2 m, en donde estas dimensiones dependen en gran medida de la capacidad de la instalación, así como de la correspondiente posición de la columna en el esquema general de la instalación y, unido a ello, del vacío necesario. En una instalación relativamente grande, los conductos convencionales de vapor de cabeza de columnas de alto vacío (columnas con una elevada concentración de ácido acrílico en su parte inferior) tendrían unas dimensiones de 1,5 a 2 m. Estos conductos tubulares requieren un gasto elevado de soporte y una estructura de acero correspondientemente costosa.

En el caso de condensadores situados fuera de la columna, el conducto de vapor entre la columna y el condensador se debe calentar o al menos debe estar muy bien aislado para que no se produzca la condensación del ácido acrílico, capaz de polimerizar y, con el tiempo, formar capas que reducen la sección transversal del conducto. En algunas aplicaciones, también es necesario agregar adicionalmente al conducto de vapor un inhibidor de la polimerización.

La exigencia técnica de que en el conducto de vapor se produzca una pérdida de presión mínima requiere el uso de conductos lo más cortos posible y, por lo tanto, una disposición del condensador en la proximidad inmediata de la columna, preferiblemente bajo su abertura de salida del vapor.

En los condensadores dispuestos en el exterior, el condensado se recoge en un recipiente situado debajo del condensador y, desde ahí, se suministra en parte como retorno a la parte de separación de la columna. La

alimentación de retorno tiene lugar por encima del recipiente de recogida, por lo que se necesita una bomba adicional.

La integración del condensador en la columna permitiría renunciar al recipiente exterior y a la estructura de acero necesaria para ello, puesto que el recipiente queda integrado como depósito de recolección debajo del condensador.

5 El condensador y el recipiente de recogida forman una unidad que está integrada en la columna.

Esta disposición integrada permite garantizar el flujo de retorno a las etapas de separación de la columna por medio de la fuerza de la gravedad (sin bomba).

Por el documento EP 0839896 B1 se conoce la integración de esta clase del condensador en la columna para refinar aceites comestibles. Mediante la destilación, se separan los ácidos grasos libres no deseados, sin descomponer la carotina presente en el aceite. El aceite crudo o aceite pretratado se destila a una presión de <6 Pa y a una temperatura de 160 a 200°C y los ácidos grasos contenidos en el aceite se separan por condensación en el interior del destilador. Para la separación de los ácidos grasos libres, la mezcla de aceite y ácidos grasos libres se introduce en un condensador interno que funciona en un intervalo de temperatura entre el punto de fusión de los ácidos grasos libres y una temperatura menor que el punto de condensación.

10 15 Un condensador integrado en la columna, en el cual la circulación se lleva a cabo desde abajo, es más económico que un condensador dispuesto en el exterior, pero tiene el inconveniente de experimentar una mayor pérdida de presión.

20 25 Dado que en este caso el vapor y el líquido se desplazan a contracorriente, cuando la columna contiene una carga importante puede producirse fácilmente una “inundación” parcial o total del intercambiador de calor, en la que se impide la eliminación del condensado por el vapor que circula hacia arriba. Esta situación resulta especialmente crítica cuando se trata de un condensado sensible a la temperatura, el cual, debido al tiempo prolongado de permanencia en la superficie del condensador, se degrada y/o polimeriza.

25 30 Este problema se intenta resolver técnicamente usando para el condensador tubos con un diámetro mayor. Como consecuencia de estas medidas, sin embargo, se obtienen también velocidades y turbulencias menores del vapor en el interior del condensador, de donde resulta un peor coeficiente de transmisión del calor. Una vez más, esta situación requiere una superficie de intercambio de calor más grande, lo que comporta costes más elevados y dimensiones mayores.

30 35 Por lo tanto, la pérdida de presión es un criterio muy importante en los condensadores tanto interiores como exteriores, que debe ser tenido en consideración en el diseño. Esto se pone especialmente de manifiesto cuando la destilación se lleva a cabo a presión reducida como ocurre cuando se debe rebajar la temperatura de ebullición de los componentes para lograr una sobrecarga térmica lo más baja posible de los productos. Esto está relacionado con el hecho de que la presión en el evaporador o la parte inferior de la columna es siempre mayor que la presión en la cabeza de la columna o en los conductos de vacío y, concretamente, con la suma de las pérdidas de presión de la columna y el condensador. Las pérdidas de presión mayores del condensador obligan a generar un vacío más alto. El equipo necesario para ello resulta más costoso y requiere mayor mantenimiento cuanto mayor sea el rendimiento.

35 40 Adicionalmente, las conducciones de vacío entre el condensador y el generador de vacío son más costosas porque la presión reducida origina mayores velocidades del gas, que se deben compensar con secciones transversales más grandes del conducto. El uso de conductos de mayor sección transversal genera costes adicionales tanto del propio conducto como derivados de los soportes y la estructura de acero.

40 45 Del mismo modo, la condensación de los vapores desprendidos resulta más difícil con el alto vacío. Con la disminución de la presión en el condensador se reduce la diferencia entre la temperatura del agua de refrigeración y la temperatura de condensación de los vapores. Esto se puede contrarrestar, por una parte, con una reducción técnicamente compleja y, por tanto, costosa de la temperatura del agua de refrigeración o, por otra parte, con una ampliación igualmente compleja y costosa de la superficie específica de intercambio de calor del condensador.

45 50 El documento US 6.883.788 B1 da a conocer una columna de destilación con un primer intercambiador de calor, así como con un segundo intercambiador de calor. El primer condensador se hace funcionar en todos los ejemplos de realización de tal forma que el vapor así como el líquido condensado se hacen circular a contracorriente por el condensador. Si la fase gaseosa se hace circular en sentido descendente por el condensador, en el condensador secundario se produce la circulación del líquido condensado en una corriente paralela a la del vapor.

50 55 El documento DE 19830163 A1 describe un condensador de cabeza de columna con un sistema intercambiador de calor extraíble. El condensador está acoplado a la cubierta de la columna de tal forma, que el condensador se puede extraer e intercambiarlo con facilidad. Los vapores ascienden a lo largo de una pared de separación en la cabeza de la columna y el condensado se forma en una corriente paralela a los vapores.

Tanto el documento DE 4300131 A1 como el DE 102007031766 A1 describen una columna con intercambiadores de calor acoplados a la cabeza de la columna y dispuestos de manera tal que los vapores condensados y el condensado se desplazan en una dirección. Por debajo del intercambiador de calor están previstos recipientes de

recogida para el condensado, el cual se separa de la columna y que, a continuación, se devuelve parcialmente a la columna. La proporción entre las fracciones del condensado que se devuelven a la columna y que se retiran de la misma está controlada por medio de una válvula reguladora. En este sentido, la retirada del condensado de la columna exige un aislamiento suficiente de los tubos de circulación ya que, de lo contrario, a través del condensado que se hace retornar se generan importantes pérdidas de energía. Aparte de esto, por medio del complejo sistema de tubos se favorece la eflorescencia de las sustancias que tienden a cristalizar, por ejemplo, el ácido acrílico y sus ésteres, debido a que se forman núcleos de cristalización preferiblemente en zonas irregulares, por ejemplo, en los puntos de transición de los conductos.

Por lo tanto, la presente invención tiene como tarea hacer posible la destilación de líquidos sensibles a la temperatura sin gastos suplementarios en aparatos y, al mismo tiempo, con una reducida pérdida de presión.

Esta tarea se resuelve por medio de la invención, a través de un procedimiento con las características de la reivindicación 1.

Con este objetivo, se instalan en la columna de destilación, por encima de las piezas complementarias montadas ulteriormente en la columna, múltiples paquetes de intercambiadores de calor, preferiblemente intercambiadores de calor de placas. Los vapores que alcanzan la cabeza de la columna circulan a continuación prácticamente sin obstáculos por el paquete del condensador y se introducen desde arriba, es decir, desde la cabeza de la columna, en este condensador por el que han circulado en primer lugar. El líquido se condensa sobre la superficie refrigerada de la columna y, debido a la fuerza de la gravedad, fluye hacia abajo, en dirección a la parte inferior de la columna, desplazándose por tanto en la misma dirección que el vapor que todavía no se ha condensado, de forma que se evita de manera segura la formación de retenciones de líquido. Incluso en el caso de grandes sobrecargas, es decir, con grandes volúmenes de vapor en circulación, no se produce la inundación del condensador. Incluso, el volumen de vapor presente en el recipiente de recogida acelera en parte la película de líquido condensado.

En este primer condensador en el que se produce la circulación, se licúa preferiblemente la mayor parte de los vapores condensados, ya que esto simplifica el diseño de la instalación.

25 El condensado se recoge en un recolector de condensado que está dispuesto en el interior de la columna, gracias a lo cual el condensado no se refrigerá y se evita el correspondiente gasto suplementario de aparatos para aislar los tubos que recorren el exterior de la columna. Una parte del condensado recolectado se retira de la columna y otra parte se suministra nuevamente a la columna.

30 De acuerdo con la invención, el perfil de temperaturas se regula, utilizando como magnitud de ajuste el volumen de condensado retirado. La posición del recolector del condensado en el interior de la columna y, a ser posible, por encima de otros elementos complementarios de la columna tales como suelos de separación, etc. permite regular no la cantidad realimentada, sino la cantidad de condensado retirada. De manera habitual, una parte del producto líquido de la cabeza de la columna, es decir, de los vapores condensados en el condensador, se devuelve como reflujo a la columna, en tanto que la otra parte se retira. Mediante la posición del recolector de condensado por encima de las etapas de separación, por ejemplo, los suelos de destilación, es posible regular indirectamente el reflujo, en el sentido de que al modificar la cantidad que se dirige al exterior, es decir, al reducir la cantidad dirigida hacia el exterior, aumenta el reflujo en correspondencia con la cantidad que ya no se retira. El condensado que no se ha retirado fluye desde el recolector del condensado hacia abajo, hacia otros elementos complementarios de la columna, en particular, hacia los dispositivos de separación previstos, y regula el perfil de temperaturas de la columna de la misma forma que se hace en el estado de la técnica, que se basa en una regulación del condensado realimentado.

45 Según el estado de la técnica, la cantidad total de vapores condensados (totalidad del producto líquido de la cabeza) se impulsa con ayuda de una bomba (en algunos casos, se utilizan dos bombas: bomba de reflujo + bomba de lanzamiento). El reflujo de ajuste de la columna se regula habitualmente de forma cuantitativa por medio de una válvula reguladora. La cantidad que se retira es el resultado de la cantidad total de vapores que se ha condensado y que no se ha devuelto a la columna como reflujo. Con mucha frecuencia, la cantidad retirada se lleva a cabo a través de un regulador de líquido en el recipiente recolector del condensador, que mantiene un estado constante y que desecha la cantidad excesiva que no se necesita como reflujo. En la disposición descrita anteriormente, no es necesario bombear la cantidad de reflujo, sino que puede ser conducida por medio de la fuerza de la gravedad 50 desde el depósito de recogida hasta las etapas de separación de la columna, situadas más abajo. De este modo, se ahorra el uso de la bomba de recirculación que se necesita para el recipiente recolector del condensado dispuesto en el exterior. Esta solución resulta especialmente ventajosa cuando el tamaño del recolector del condensado está diseñado de manera que, sin necesidad de válvulas ni dispositivos de regulación adicionales, se hace retornar a la columna la cantidad adecuada por desbordamiento. Evidentemente, sin embargo, se pueden concebir también otras 55 posibilidades para regular el volumen de corriente.

Para lograr la condensación más completa posible de los componentes que se deben separar, una realización de la invención prevé la conexión en serie de múltiples condensadores, en donde el segundo y/o los condensadores adicionales se pueden hacer funcionar tanto en corriente paralela como a contracorriente.

Es especialmente conveniente hacer circular por el primer condensador un agente refrigerante, con una temperatura de aproximadamente 18 a 40°C, preferiblemente 25 a 35°C, y hacer circular por el segundo condensador un agente refrigerante a una temperatura de aproximadamente 1 a 20°C, preferiblemente 5 a 15°C. El agente de refrigeración es preferiblemente agua, aunque puede ser también, por ejemplo, una mezcla de agua/etilenglicol.

- 5 En el segundo condensador, la circulación se puede efectuar tanto a contracorriente como, después del desvío de los vapores, nuevamente en corriente paralela. En la superficie del condensador conectado en serie o de los condensadores conectados en serie, condensan los vapores restantes de los componentes con mayor punto de ebullición, así como una parte más importante de los componentes de menor punto de ebullición que en el primer condensador de flujo. Por lo tanto, el condensado del segundo condensador se retira por completo, sin dirigirlo nuevamente a la columna. La ventaja de la separación de los componentes de menor punto de ebullición del condensado del primer condensador radica en que estos condensados son menos apropiados para regular el perfil de temperaturas. Los elementos de bajo punto de ebullición se comportan en la columna de separación de manera similar a los gases inertes, que originan turbulencias y corrientes de gases mayores y, por consiguiente, empeoran la capacidad de separación de una columna.
- 10 15 No obstante, en el marco de la invención se incluye también la opción de mezclar las corrientes de condensado de dos, múltiples o de todos los condensadores y volver a suministrarlas en forma de mezcla. Esto tiene la ventaja de requerir un diseño sencillo en cuanto a aparatos, ya que solamente se necesitan un dispositivo de recogida y un recolector de condensado.
- 20 Para impedir la polimerización de las sustancias condensadas es conveniente incluir en la columna un inhibidor adecuado. De manera ventajosa, este inhibidor se incorpora por encima de todos los elementos complementarios de la columna, es decir, por encima del condensador, del recolector de condensado, de los dispositivos de separación, etc. En particular, es recomendable pulverizar o atomizar el inhibidor desde arriba sobre las superficies del o de los múltiples condensadores, dado que se pueden formar cristales y, como resultado de ellos, posibles núcleos de polimerización.
- 25 30 35 40 Una instalación para la destilación de líquidos sensibles a la temperatura, en especial de ácido acrílico y sus ésteres, apropiada para llevar a cabo el procedimiento según la invención comprende una columna, en cuyo interior está dispuesto al menos un condensador, en donde la columna y/o el primer condensador de flujo están construidos de tal forma que en el primer condensador de flujo, se introduce el vapor todavía no condensado en una corriente paralela a la del líquido condensado. De manera conveniente, el suministro del vapor en una corriente paralela se logra impidiendo la entrada del vapor en las aberturas del condensador orientadas hacia abajo, de modo que el vapor circule, en primer lugar, hacia arriba, en dirección a la cabeza de la columna y allí se desvía en las aberturas del condensador, de forma que la dirección de circulación esté orientada ahora desde la cabeza hacia la parte inferior de la columna. Debido a la fuerza de la gravedad, el condensado también circula desde la cabeza hacia la parte inferior, con lo cual el vapor y el condensado se desplazan en una corriente paralela. El desvío del condensado se puede llevar a cabo mediante aparatos en una multitud de posibilidades. De esta forma, por ejemplo, cabe considerar el uso de válvulas adecuadas en las aberturas del condensadores que están orientadas hacia la parte inferior. Preferiblemente, sin embargo, el desvío del condensador se realiza disponiendo el dispositivo de recogida para el condensado de manera tal que proteja las aberturas del condensador dirigidas hacia la parte inferior. Típicamente, el condensador y el recipiente de recogida forman a menudo una unidad que está cerrada hacia abajo, de forma que no puedan entrar vapores desde abajo, sino, preferiblemente, desde arriba o, eventualmente, en parte también desde los lados, hasta el extremo superior del condensador.

45 Una realización conveniente de la instalación prevé, además, que en el interior de la columna esté incorporado un recolector de condensado, mediante el cual el condensado adquiere automáticamente la temperatura existente en esa posición de la columna. Es especialmente favorable que el dispositivo de recogida esté dimensionado de tal forma que sirva también como recolector del condensado.

Según una realización preferida de la instalación, al menos uno y, preferiblemente, todos los condensadores son condensadores de placa, que representan dispositivos más sencillos y comparativamente económicos en cuanto a aparatos y, al mismo tiempo, tiene una superficie mayor de intercambio de calor.

50 A partir de la descripción siguiente de ejemplos de realización y del dibujo, se deducen realizaciones adicionales, ventajas y posibilidades de aplicación de la invención. En este sentido, todas las características descritas y/o representadas gráficamente constituyen en sí mismas o en cualquier combinación el objeto de la invención, independientemente de su inclusión en las reivindicaciones o de sus aplicaciones retroactivas.

Muestran

- 55 Figura 1 Esquema de una columna de destilación según la invención, con dos condensadores interiores, en donde ambos condensadores se operan en corriente paralela;
- Figura 2 Esquema de una columna de destilación según la invención, con dos condensadores interiores, en donde el primer condensador opera en corriente paralela y el segundo, a contracorriente;

- Figura 3 Esquema de una columna de destilación según la invención, con dos condensadores interiores, en donde el primer condensador opera en corriente paralela y el segundo, a contracorriente, y ambos condensadores tienen un dispositivo común de recogida;
- 5 Figura 4 Esquema de una columna de destilación según la invención, con tres condensadores interiores, en donde el primer y el segundo condensador operan en corriente paralela y el tercer condensador, a contracorriente.
- 10 En la Figura 1 se representa una columna 1a según la invención que, en la zona de cabeza, específicamente arriba, tiene dos condensadores 10a, 20a. Por medio de una placa de drenaje 11, el vapor calentado que asciende por la columna, en particular, vapor de ácido acrílico, se desvía de manera que no pueda entrar en las aberturas 13 de los condensadores 10a, 20a que están orientadas hacia abajo o parte inferior, sino que sigue su curso a través del condensador 10a. Por encima del condensador 10a, un dispositivo de desvío y bloqueo 12, que puede ser, por ejemplo, una placa adicional, impide que el vapor pueda entrar en el condensador 20a. Debido al impulso de circulación generado, tal como indican las flechas, el vapor pasa a las aberturas 14 orientadas hacia arriba del condensador 10a. En este condensador 10a, se condensa una parte del vapor. El condensado que se deposita en las paredes del condensador 10a se desplaza, por la fuerza de gravedad, hacia abajo, en donde un dispositivo de recogida 11 lo dirige a una salida 4 de condensados de menor punto de ebullición.
- 15 Los componentes todavía en forma gaseosa circular, tal como lo indican las flechas, a través del dispositivo de desvío 12 hacia el segundo condensador 20. Al igual que en el primer condensador 10a de circulación, en la columna representada esquemáticamente en la Figura 1, un dispositivo para la recogida del condensado evita también en el condensador 20a que el vapor entre en las aberturas 15 del condensador 20a, que están orientadas hacia la parte inferior. En su lugar, un dispositivo de recogida 21 desvía el vapor a lo largo del dispositivo de desvío 12 a través del condensador 20a, de modo que el vapor entra en las aberturas 16 del segundo condensado 20a, que están dirigidas hacia arriba. Al igual que en el caso del primer condensador 10a, ahora el vapor se desplaza, junto con el condensado formado, en una corriente paralela, en dirección a la parte inferior de la columna 1a. El dispositivo de recogida 21 recolecta el condensado que se ha formado y lo conduce a una salida 3 de condensados de fracciones de mayor punto de ebullición. El vapor remanente circula a través de un dispositivo adicional de desvío 22, hacia una salida 2 para los componentes no condensados hacia un sistema de vacío o para retornar a la columna 1a.
- 20 De manera alternativa, el conducto 5 ofrece la posibilidad de retirar otros componentes de la parte inferior de la columna 1a y/o almacenar la corriente de suministro (feed) o parte de la misma hacia la columna 1a. Además, se representan esquemáticamente los elementos complementarios 4 que contiene la columna 1a tales como distribuidor de líquido, suelos de separación y recolección, rejillas de soporte, rejillas de sujeción, separador de gotas, distribuidor de gases, paquetes, capas de cuerpos llenadores y piezas especiales.
- 25 El conducto 6 representa un conducto para alimentar un inhibidor que evite la polimerización. Este inhibidor puede estar incluido, por ejemplo, en un sistema de distribución acoplado a la cabeza de la columna 1a, que no se muestra, y desde ahí ser distribuido a toda la columna 1a. Dado que se pueden formar núcleos de cristalización en cualquier superficie, a partir de los cuales se puede desencadenar una polimerización, resulta especialmente favorable distribuir el inhibidor de polimerización directamente en los elementos complementarios tales como los condensadores 10a, 20a, por ejemplo, por pulverización directa. De manera alternativa, también se puede prever en la cabeza de la columna 1a una tobera que nebulice el inhibidor. Asimismo, es beneficiosa en particular una reticulación lo más completa posible del primer condensador de flujo 10a, dado que a partir del mismo se puede llevar el inhibidor a través del vapor y el líquido a otros elementos de la columna 1a. El inhibidor se puede suministrar en función de la composición de los vapores que se deben condensar tanto en todos los condensadores como también en algunos de ellos o solamente en el condensador principal.
- 30 La Figura 2 muestra una columna 1b según una segunda realización, con dos condensadores 10b, 20b situados en su interior. En este caso, sin embargo, después de circular por el condensador 10b en corriente paralela con el condensado obtenido, el dispositivo de recogida 21 no impide la entrada directa del vapor en el condensador 20b. Por el contrario, tal como muestran las flechas, el vapor escapa hasta el dispositivo de recogida 21, entra en las aberturas 15 orientadas hacia la parte inferior del condensador 20b y circula por las mismas desde abajo hacia arriba. El condensado que se forma fluye simultáneamente desde la cabeza hasta la parte inferior, de manera que el condensado y el vapor circulan en el condensador 20b a contracorriente. En este caso, también el condensado del segundo condensador 20b se recolecta en el dispositivo de recogida 21 separado y se retira por el conducto 3. El vapor remanente se elimina a través del conducto 2.
- 35 En la tercera realización, que se representa en la Figura 3, se hace pasar el vapor, al igual que en la Figura 2, por el primer condensador de flujo 10c en corriente paralela con el condensado obtenido y, en el segundo condensador 20c, a contracorriente con el condensado obtenido. En esta realización se renuncia a un segundo dispositivo para recolectar el condensado, que precipita en el condensador 20c. El condensado que precipita en el condensador 20c se deposita por goteo en el dispositivo de recogida 11, en el que se recolecta también el condensado procedente del primer condensador de flujo 10c. La mezcla de las dos corrientes de condensados se retira de la columna 1c a través del conducto 4. El vapor remanente sale por el conducto 2.
- 40
- 45
- 50
- 55
- 60

En la cuarta realización según la Figura 4, se representan tres condensadores 10d, 20d y 30 en el interior de la columna 1d. En este caso, el vapor entra en el primer condensador de flujo 10d de tal forma que circula en corriente paralela con el condensado que precipita en el condensador 10d. De manera similar a la primera realización, el segundo condensador 20d se hace funcionar en corriente paralela.

5 Después de abandonar el condensador 20d, el vapor todavía presente circula, tal como se indica con las flechas, por las aberturas 17 dirigidas hacia la parte inferior del tercer condensador 30, de manera que en este caso se produce una conducción a contracorriente con respecto al condensado líquido del condensador 30. No obstante, en el tercer condensador 30 también es posible producir la circulación del vapor en corriente paralela.

10 En relación con la temperatura del agua de refrigeración empleada, se puede hacer circular tanto por el tercer condensador 30 como por el condensador 20d la misma agua de refrigeración que se ha hecho pasar por el primer condensador 10d de flujo. El tercer condensador 30 se puede operar también con agua de refrigeración que esté a la misma temperatura que el agua de refrigeración usada en el condensador 20d, o, por el contrario, el tercer condensador 30 se opera con una tercera temperatura, en donde dicha temperatura se encuentra preferiblemente entre o por debajo de la temperatura del agua de refrigeración de los dos condensadores anteriores 10d y 20d.

15 Los condensados del tercer y restantes condensadores adicionales posibles se pueden agregar al condensado del primer condensador 10d, así como al condensado del segundo condensador 20d, o se pueden retirar a través de un conducto propio.

Ejemplo comparativo

20 En una instalación existente para la producción anual de 30.000 t de ácido acrílico, se destila el ácido acrílico para su purificación. El dispositivo de purificación usado para ello está compuesto sobre la parte de separación con ocho placas teóricas por un condensador de haz de tubos situado fuera de la columna, en el que se hace circular vapor desde abajo. Esta estructura se corresponde esencialmente con el condensador exterior descrito en el documento EP 1475364 A1.

25 Este condensador de haz de tubos determina, bajo condiciones normales de funcionamiento, una pérdida de presión de 2,5 kPa. La parte de separación de la columna situada por debajo genera, bajo condiciones normales de funcionamiento de la instalación, otros 9,5 kPa de pérdida de presión, por lo que la columna en total provoca una pérdida de presión de 12 kPa en conjunto. El sistema de vacío instalado genera, a niveles normales de producción, una presión absoluta de 7 kPa. En esta realización, que pertenece al estado de la técnica, se forma por tanto una presión en el evaporador de aproximadamente 20 kPa y un punto de ebullición correspondiente de producto de sedimentación que contiene ácido acrílico de aproximadamente 96°C.

30 Por medio del intercambio de la parte de cabeza de la columna, es posible equipar la columna de acuerdo con la invención. Se separa el intercambiador de calor de haz de tubos sujeto por bridas y se instala en el interior de la columna un condensador de placas según la invención descrita en este documento. De este modo, la pérdida de presión del condensador se reduce de 2,5 kPa a <0,2 kPa. Sólo con la adopción de esta medida, sin modificar la parte de separación de la columna ni el sistema de vacío, se obtiene, manteniendo inalterada la capacidad del depósito, una reducción de presión en el evaporador de alrededor de >2 kPa. De este modo, la presión absoluta en el evaporador disminuye desde aproximadamente 20 kPa a aproximadamente 18 kPa. Como consecuencia de la reducción de la presión, disminuye el punto de ebullición del producto del depósito desde aproximadamente 96°C a <93°C.

35 40 A través de esta reducción de la temperatura del depósito, la columna de destilación no sólo funciona de forma más eficiente desde el punto de vista de la energía, sino que se reduce de manera detectable también la tendencia a polimerizar del producto y su degradación térmica: de esta forma, la cantidad de dímeros formados a partir de la reacción secundaria no deseada del ácido acrílico disminuye desde aproximadamente 110 kg/h a <75 kg/h; el color del producto del ácido acrílico presente mejora por medio de estas medidas desde aproximadamente 8 a aproximadamente 7 unidades (color Hazen según la APHA).

45 Los costes de instalación del sistema son más de 30% menores que en las variantes conocidas por el estado de la técnica.

Índice de referencias

- | | |
|-------|----------|
| 1 a-d | Columna |
| 50 2 | Conducto |
| 3 | Conducto |
| 4 | Conducto |
| 5 | Conducto |
| 6 | Conducto |

- 7 Elementos complementarios de la columna
- 10 a-d Condensador
- 11 Dispositivo de recogida y recolección del condensado
- 12 Dispositivo de separación
- 5 13-17 Aberturas del condensador
- 20 a-d Condensador
- 21 Dispositivo de recogida del condensado
- 22 Dispositivo de separación
- 30 Condensador

10

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la destilación de líquidos sensibles a la temperatura, a saber, de ácido acrílico y sus ésteres, en donde el líquido se calienta en una columna y se evapora al menos parcialmente, en donde el vapor se hace pasar a través de un condensador dispuesto en el interior de la columna, en el que el vapor se condensa al menos parcialmente y en donde el líquido condensado se retira al menos parcialmente de la columna, en donde el vapor que todavía no se ha condensado se hace pasar, en corriente paralela con el líquido condensado, a través del primer condensador de flujo, caracterizado por que en la columna se disponen al menos dos condensadores conectados en serie, a través de los cuales se lleva a cabo la circulación, por que el segundo y/o los condensadores adicionales se hacen funcionar en corriente paralela o a contracorriente, por que el condensado se recoge en un recolector de condensado dispuesto en el interior de la columna, en donde una parte del condensado recogido se retira de la columna y la otra parte del condensado recogido se alimenta nuevamente en la columna, y en donde el perfil de temperaturas de la columna está regulado por la parte del condensado retirado.
2. Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado por que el primer condensador se hace funcionar con medio de refrigeración a una temperatura de 18 a 40°C, preferiblemente 25 a 35°C y al menos un condensador adicional se hace funcionar con medio de refrigeración a una temperatura de 1 a 20°C, preferiblemente 5 a 15°C.
3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado por que el condensado del segundo y/o al menos de un condensador adicional se recoge por separado del condensado del primer condensador y se retira por completo, sin retorno hacia la columna.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por que el condensado del segundo condensador y/o de al menos un condensador adicional se retira conjuntamente con el condensado del primer condensador y se suministra nuevamente en forma de mezcla.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que a la columna se incorpora un inhibidor de polimerización.

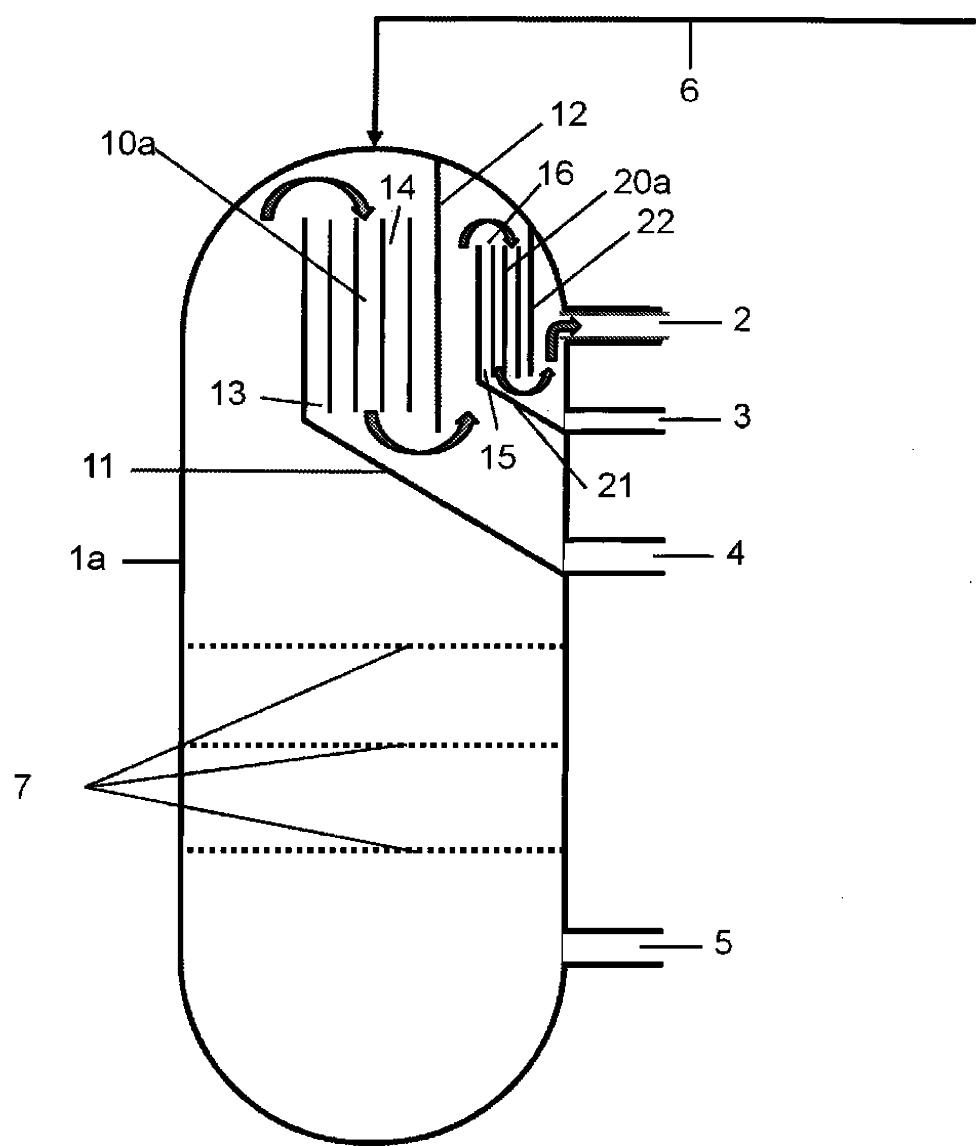


Fig. 1

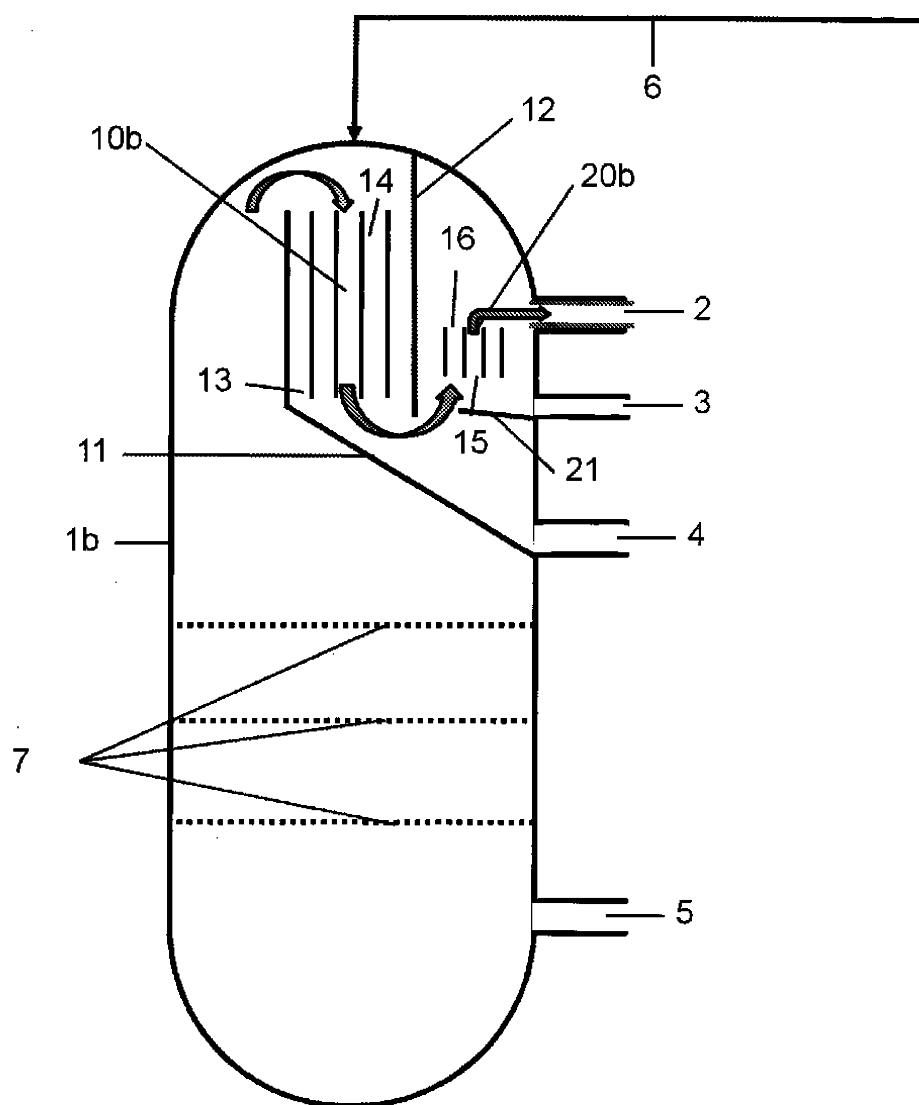


Fig. 2

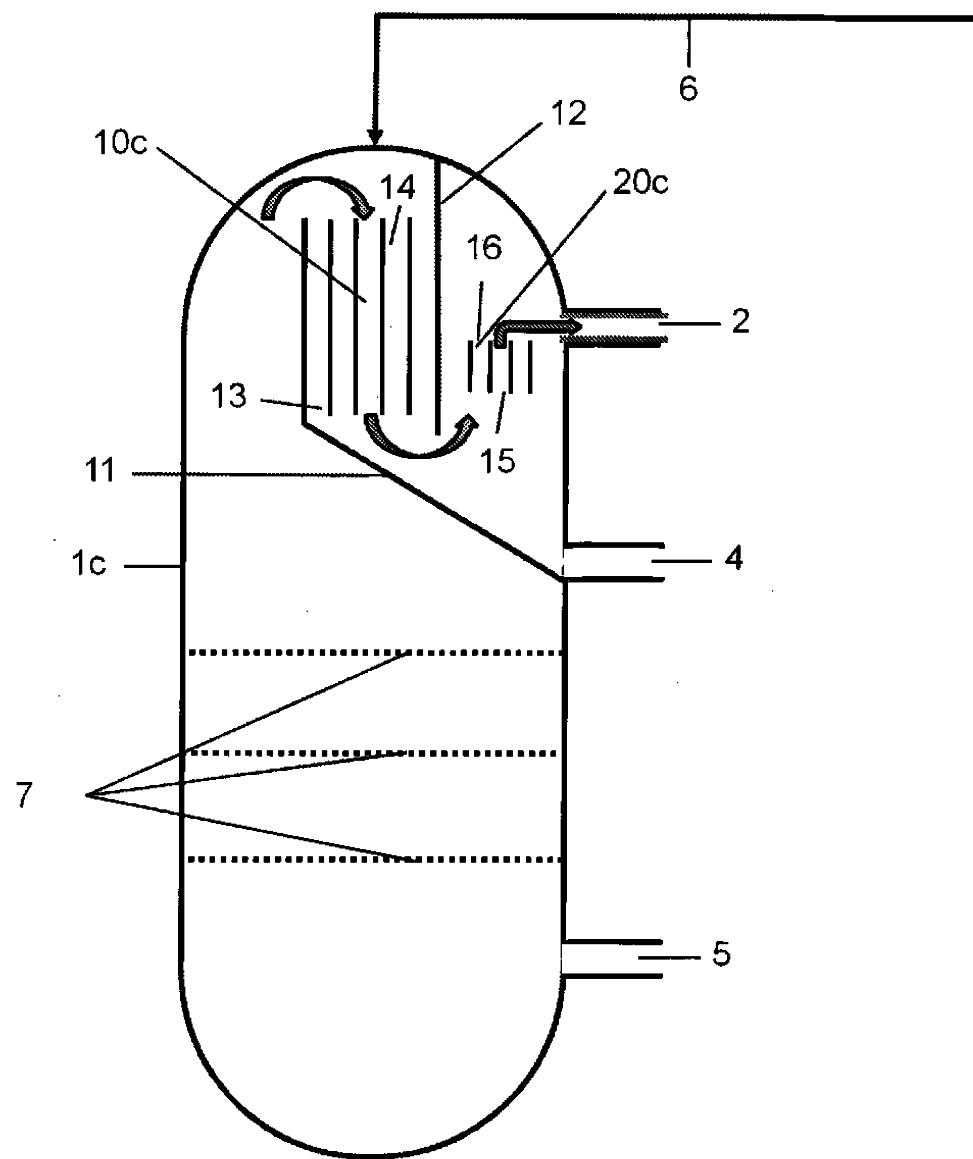


Fig. 3

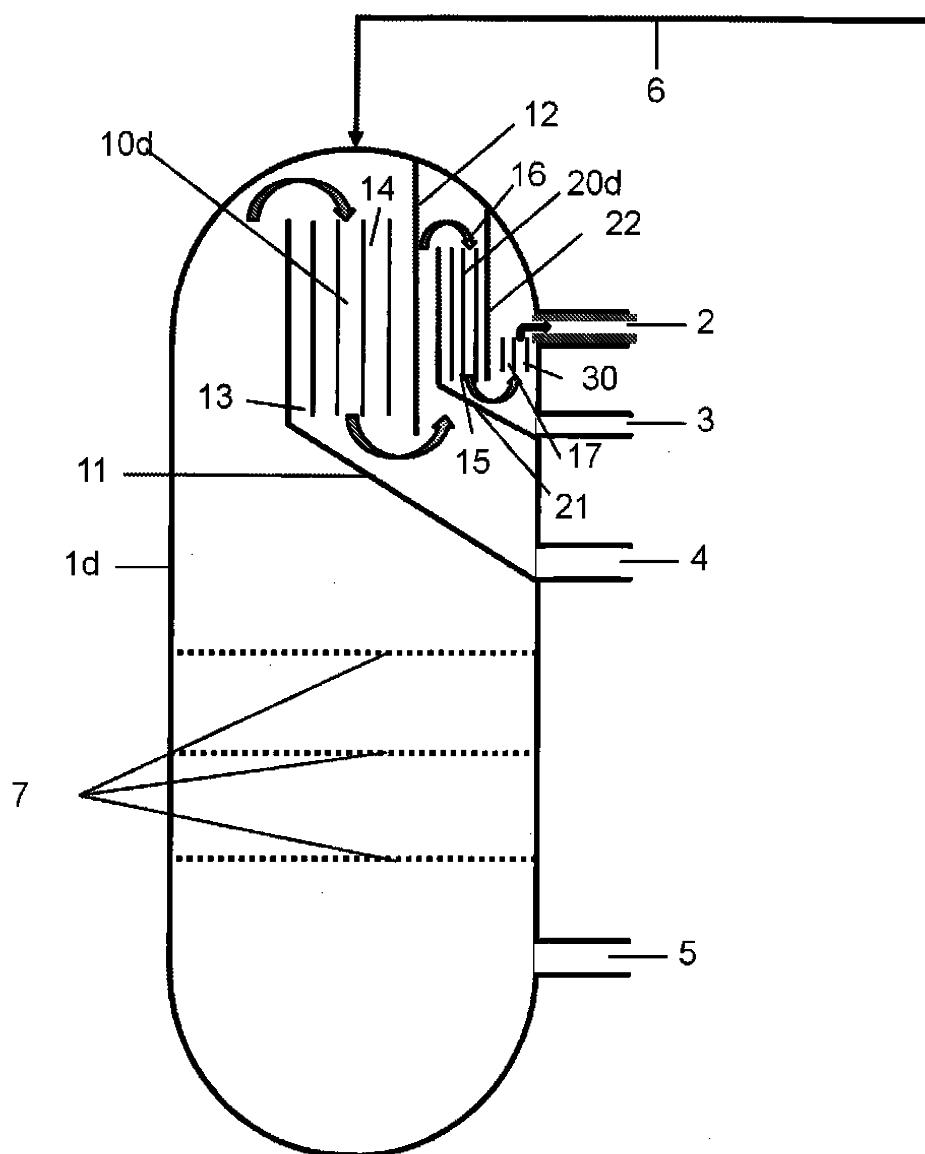


Fig. 4