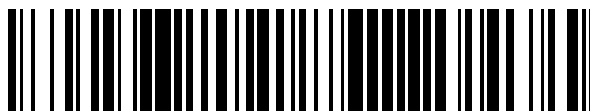


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 629 107**

51 Int. Cl.:

B01D 3/14 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **22.07.2014 PCT/EP2014/065718**

87 Fecha y número de publicación internacional: **05.02.2015 WO15014671**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **22.07.2014 E 14741888 (3)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **05.04.2017 EP 3027289**

54 Título: **Procedimiento y dispositivo para la separación destilativa de una mezcla de tres o más componentes**

30 Prioridad:
29.07.2013 DE 102013214765

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
07.08.2017

73 Titular/es:
**WACKER CHEMIE AG (100.0%)
Hanns-Seidel-Platz 4
81737 München, DE**

72 Inventor/es:
**JANSEN, HELMUT;
AIGNER, MAXIMILIAN y
PROCHASKA, JAN**

74 Agente/Representante:
LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 629 107 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 la separación destilativa de una mezcla de tres o más componentes

5 La invención se refiere a un procedimiento para la separación destilativa de una mezcla de tres o más componentes presente en sus componentes, así como a un dispositivo para la puesta en práctica del procedimiento mediante empleo apropiado y acoplamiento de varias columnas de destilación.

Los procedimientos destilativos son habituales en la técnica química de procedimientos para separar mezclas de diferente volatilidad relativa y/o sustancias solubles entre sí. En este caso, la destilación corresponde al sector de procedimientos de separación térmicos.

10 Para la descomposición continua destilativa de mezclas de varias sustancias son comunes diversas variantes de procedimiento.

15 En el más sencillo de los casos se descompone una mezcla de alimentación, constituida por una fracción de productos de bajo punto de ebullición y una fracción de productos de punto de ebullición elevado, en ambos componentes. En este caso, la mezcla a separar se introduce entre cabeza y cola de la columna de destilación. La alimentación subdivide la columna en una parte de separación y parte de concentración. La fracción de productos de punto de ebullición elevado se extrae en la cola de la columna. Para el calentamiento de la columna se evapora una parte de esta fracción, por ejemplo a través de una recirculación natural, y ésta se alimenta de nuevo a la columna. La fracción de productos de bajo punto de ebullición sale como vapores en la cabeza de la columna y se licúa en un condensador. Una parte de este condensado se devuelve de nuevo a la columna y desciende en contracorriente como reflujo respecto a los vapores ascendentes.

20 No obstante, en la separación de mezclas de alimentación, constituidas por una mezcla de varios componentes, en más de dos fracciones, se deben emplear varias columnas de destilación convencionales. En el caso sencillo se requieren de este modo N-1 columnas de destilación para una mezcla de N-componentes.

25 La fig. 1 muestra la vía a/c para la separación de una mezcla de tres componentes ABC, que contiene productos de bajo punto de ebullición A, productos de punto de ebullición media B y productos de punto de ebullición elevado C.

La vía a/c se aplica preferentemente si la fracción de productos de punto de ebullición media es máxima en la adición. Para este caso, la vía a/c constituye un óptimo energético.

30 La separación en la primera columna se efectúa de modo que en el producto de cabeza no esté presente fracción de productos de punto de ebullición elevado C y en el producto de cola no esté presente fracción de bajo punto de ebullición A. La fracción de productos de punto de ebullición medio B está contenida tanto en la fracción de cabeza, como también en la fracción de cola de la primera columna. Ambas fracciones AB y BC se descomponen en los productos puros A, B, C en cada una de estas columnas post-conectadas. Para ello, esta variante requiere tres pasos de separación.

35 Una alternativa al acoplamiento de varias columnas de destilación son las denominadas columnas de pared separadora, es decir, columnas que impiden un mezclado transversal de líquido y corrientes de vapores en zonas parciales de la columna por medio de una pared separadora vertical dispuesta en sentido longitudinal de la columna. Por lo tanto, en el caso de esta columna, una pared separadora vertical, que divide la sección transversal en dos tramos a la izquierda y a la derecha de la pared separadora, recorre una parte de altura de la columna.

40 La fig. 3 muestra una columna de pared separadora clásica en la que se descarga la fracción de productos de punto de ebullición elevado como cola, la fracción de productos de punto de ebullición medio a través de la extracción lateral, y la fracción de bajo de punto de ebullición a través de la corriente de cabeza.

En este caso es posible, por ejemplo, descomponer una mezcla ternaria en sus tres componentes puros en una única columna, para lo cual se requirieron normalmente dos columnas convencionales.

45 Lista de signos de referencia

1 Parte de alimentación

2 Parte de extracción

3 Parte de concentración

4 Parte de separación

5 Pared separadora

5 La pared separadora 5 dispuesta en sentido longitudinal de la columna divide el espacio interior de la columna en una parte de alimentación 1, una parte de extracción 2, una parte de concentración superior común 33 y una parte de separación inferior común 43 (negro).

La alimentación de la mezcla a separar se sitúa generalmente en una zona media entre una zona superior y una zona inferior de la parte de alimentación 1. También es posible prever una o varias alimentaciones ulteriores entre una zona superior y una zona inferior de la parte de alimentación 1.

10 En la parte de extracción 2 – a la derecha de la pared separadora – están dispuestas una o varias extracciones laterales entre una zona superior y una zona inferior. También es posible prever una extracción lateral ulterior entre la zona inferior y una zona más inferior de la parte de extracción 2. El documento WO 2009092682 A1 da a conocer un procedimiento para la separación por destilación de 1,5,9-ciclododecatrino (CDT), así como un dispositivo para la puesta en práctica del procedimiento. La solución parte de un procedimiento para la separación destilativa de CDT crudo, que se obtuvo mediante la trimerización de butadieno. Para la separación destilativa de CDT crudo que se produce como mezcla de varios componentes se emplean columnas de pared separadora. La pared separadora, que puede estar constituida por una chapa o varias chapas diferentes ensambladas, subdivide la columna en sentido longitudinal en su parte media en una parte de alimentación y una parte de extracción. Respecto a los elementos de inserción empleables eficaces en la separación en la columna de pared separadora son apropiados tanto cuerpos de relleno, como también empaquetaduras ordenadas o platos separadores. Es posible configurar la pared separadora en forma de segmentos parciales insertados parcialmente. El documento US 6884324 B2 da a conocer una columna para la concentración de anhídrido de ácido ftálico (PSA) con dos etapas de destilación, en la que la destilación de la fracción de bajo punto de ebullición en PSA crudo se efectúa en la primera etapa de destilación, y la separación de la fracción de productos de punto de ebullición elevado a partir de PSA crudo se lleva a cabo en la segunda etapa de destilación, estando ambas etapas de destilación dispuestas en yuxtaposición, y separadas completamente entre sí a través de una pared dispuesta verticalmente, caracterizada por que la cola de la primera etapa de destilación está unida a la cola de la segunda etapa de destilación. La cola de la primera etapa de destilación puede estar unida con la cola de la segunda etapa de destilación a través de un tubo de rebose. Del mismo modo, la cola de la primera etapa de destilación puede estar unida con la cola de la segunda etapa de destilación a través de una bomba.

El documento EP 0141356 da a conocer un dispositivo y un procedimiento para la separación por destilación de una mezcla de tres o más componentes, que comprende una columna de pared separadora con cuatro zonas de separación.

35 Por lo tanto, en el estado de la técnica es conocido emplear varias columnas de destilación que cumplen diferentes tareas de separación en una combinación, o una columna de pared separadora. Mediante las columnas de pared separadora ya descritas son realizables ahorros totales de aproximadamente un 30 %, referido a costes de operación e inversión, frente a una conexión en serie convencional de dos columnas. Por lo tanto son preferentes columnas de pared separadora frente a la conexión clásica de columnas de destilación.

40 Sin embargo, las columnas de pared separadora se debían dimensionar casi siempre mas grandes que los correspondientes aparatos aislados, que se deben substituir por las mismas. En este caso, la altura de construcción de la columna de pared separadora corresponde al menos a la altura de construcción de uno de los aparatos aislados, y como máximo a la suma de alturas de construcción de los aparatos aislados.

45 En dependencia de la carga hidráulica, el diámetro de la columna de pared separadora corresponde al menos al diámetro mínimo de aparatos aislados y como máximo al mayor diámetro de aparatos aislados.

Dependiendo de la tarea de separación (mezcla de varios componentes), la consecuencia puede ser alturas de construcción extremas, diámetros de columna elevados, y con ellos costes de inversión elevados, lo que es desventajoso.

De esta problemática resulta el planteamiento de problema de la invención.

50 La tarea de la invención se soluciona mediante un procedimiento para la separación destilativa de una mezcla de tres o más componentes, que contiene al menos una fracción de bajo punto de ebullición, al menos una fracción de productos de punto de ebullición medio, y al menos una fracción de productos de punto de ebullición

5 elevado, alimentándose la mezcla de tres o más componentes a una primera columna de destilación, estando presentes tres columnas de destilación que están acopladas materialmente entre sí, estando comunicados vapores de una primera columna de destilación con la parte de concentración de una segunda columna de destilación, y estando comunicada la parte de concentración de la segunda columna de destilación con los vapores de una tercera columna de destilación, y estando comunicadas las extracciones de cola de la primera columna de destilación con la parte de separación de la segunda columna de destilación, y estando comunicada la parte de separación de la segunda columna de destilación con la cola de la tercera columna de destilación, presentando la segunda columna de destilación una pared separadora horizontal impermeable, que separa parte de separación y parte de concentración de la segunda columna de destilación, comprendiendo la segunda columna de destilación un evaporador, así como un condensador, separándose una fracción de cola que contiene al menos una fracción de productos de punto de ebullición elevado y una fracción de cabeza que contiene al menos una fracción de bajo punto de ebullición a partir de la segunda columna de destilación, separándose al menos una fracción de productos de punto de ebullición medio a través de una extracción lateral de la tercera columna de destilación.

15 Acoplamiento material en el ámbito de la invención debe significar que estén presentes respectivamente alimentaciones y recirculaciones correspondientes entre las columnas.

20 Se acoplan materialmente tres columnas, de las cuales una columna presenta una pared separadora horizontal, que aísla la parte de separación y la parte de concentración, de tal manera que ambas columnas sin pared separadora se pueden considerar casi parte izquierda y parte derecha de una columna de pared separadora. La mezcla de tres o más componentes se alimenta a una primera columna, que se puede considerar parte izquierda de una columna de pared separadora.

Los vapores de la primera columna se conducen en este caso a la segunda columna, en la que la parte de separación está separada de la parte de concentración a través de una pared separadora horizontal, por ejemplo una chapa separadora.

25 En esta segunda columna se separan el producto de cabeza, que contiene al menos una fracción de bajo punto de ebullición, así como el producto de cola, que contiene al menos una fracción de productos de punto de ebullición elevado.

30 En una tercera columna, que se puede considerar parte derecha de una columna de pared separadora, se descarga el producto objetivo, que contiene al menos una fracción de productos de punto de ebullición medio, a través de una extracción lateral.

35 La tarea se soluciona también mediante un dispositivo para la separación por destilación de una mezcla de tres o más componentes, que comprende tres columnas de destilación que están acopladas materialmente entre sí, estando comunicados vapores de una primera columna de destilación con la parte de concentración de una segunda columna de destilación, y estando comunicada la parte de concentración de la segunda columna de destilación con los vapores de una tercera columna de destilación, y estando comunicadas las extracciones de cola de la primera columna de destilación con la parte de separación de la segunda columna de destilación, y estando comunicada la parte de separación de la segunda columna de destilación con la cola de la tercera columna de destilación, presentando la segunda columna de destilación una pared separadora horizontal impermeable, que separa parte de separación y parte de concentración de la segunda columna de destilación, comprendiendo la segunda columna de destilación un evaporador, así como un condensador, presentando la tercera columna de destilación una o varias extracciones laterales por debajo de la extracción de cabeza y por encima de la extracción de cola.

En el ámbito de la invención, comunicado significa que están presentes respectivamente las correspondientes alimentaciones y recirculaciones entre las columnas.

45 Por lo tanto, la invención se refiere a una construcción de instalación en la que se conecta una columna adicional con dos columnas existentes, para obtener de este modo un acoplamiento térmico y material.

50 En el interior de la segunda columna de destilación, la parte de separación se aísla de la parte de concentración preferentemente mediante una chapa horizontal, impermeable. Desde el punto de vista de modo funcional, la invención es comparable con el principio de una columna de pared separadora, pero en la realización de la instalación se diferencia sobre todo en que, debido al empleo de una columna intermedia con chapa separadora horizontal, no son necesarias ningún tipo de chapas separadoras verticales en las columnas.

El acoplamiento material entre dos columnas se realiza al presentar cada columna respectivamente dos enlaces en puntos separados espacialmente con otra columna.

Tal configuración de columnas es equivalente a una única columna de pared separadora que posee idéntico número de etapas respecto a la demanda de energía.

5 Con ello se pueden realizar grandes ahorros energéticos, pero produciéndose costes de inversión menores en comparación con la nueva adquisición de una única columna de pared separadora convencional, ya que se pueden emplear columnas existentes y se debe adquirir únicamente una columna adicional que, en su dimensionado, es considerablemente menor que una nueva columna de pared separadora. El motivo consiste en el número de etapas, generalmente menor, de parte de separación y concentración de una columna de pared separadora.

10 Además, ambas columnas, que deben corresponder a las secciones de pared separadora en esta configuración, mantienen el diámetro completo en esta configuración. Esto aumenta la capacidad de la instalación en comparación con una columna de pared separadora, que tiene únicamente el mismo diámetro que una de ambas columnas aisladas.

15 Por lo tanto, en la mayor parte de los casos, los costes de inversión para esta configuración son menores que una nueva inversión en una columna de pared separadora equivalente con el mismo rendimiento de separación y la misma capacidad. Esto hace que la invención sea interesante para remodelaciones, en las que se debe aumentar la capacidad de la instalación, pero simultáneamente se debe reducir la demanda de energía específica.

La fracción de productos de bajo punto de ebullición y la fracción de productos de punto de ebullición elevada se extraen de la columna de destilación con pared separadora horizontal.

20 La segunda columna de destilación con pared separadora horizontal está equipada preferentemente de un evaporador propio y un condensador. Las presiones de funcionamiento de las columnas se ajustan de modo que se mantenga un sentido de circulación prescrito.

En el caso de mezclas de tres o más componentes se trata preferentemente de una mezcla que contiene clorosilanos, o de una mezcla que contiene metilclorosilanos.

25 Preferentemente se trata de mezclas de la síntesis de TCS o MCS (TCS = triclorosilano, MCS = metilclorosilano), o de la precipitación de silicio policristalino.

Preferentemente se trata de una mezcla de clorosilanos que contiene TCS, STC, DCS, así como trazas de otras impurezas (metilclorosilanos, hidrocarburos, productos de punto de ebullición elevado), como se obtienen mediante la reacción de silicio metalúrgico comercial con HCl en un reactor de lecho turbulento a 350-400°C.

30 En una combinación para la obtención de silicio policristalino se genera TCS como silano crudo a partir de silicio metalúrgico o HCl, o bien a partir de silicio metalúrgico con STC/H₂ (STC = tetracloruro de silicio) en un reactor de lecho fluidizado. A continuación se purifica el silano crudo por medio de destilación/purificación para dar TCS. A partir del TCS purificado se precipita silicio policristalino, produciéndose, entre otros, STC. La subsiguiente utilización de STC (por ejemplo mediante hidrogenación para dar triclorosilano o mediante combustión para dar ácido silícico altamente disperso, o bien silicatos) es habitual.

35 En el caso de precipitación de silicio policristalino a partir de una mezcla de clorosilano, en especial TCS e hidrogeno, además de STC se produce una fracción de clorosilanos de punto de ebullición elevado. El concepto "clorosilanos de punto de ebullición elevado" designa en este caso compuestos que están constituidos por silicio, cloro, en caso dado hidrógeno, oxígeno y carbono, y presentan un punto de ebullición más elevado que STC (57°C/a 1013 hPa). Preferentemente se trata de disilanos H_nCl_{6-n}Si₂ (n= 0 - 4) y oligo(cloro)silanos superiores, preferentemente con 2 a 4 átomos de Si, así como disiloxanos H_nCl_{6-n}Si₂O (n= 0 - 4) y siloxanos superiores, preferentemente con 2 a 4 átomos de Si, incluyendo oligosiloxanos cíclicos, así como sus derivados de metilo.

45 En el caso de los residuos (fracción de productos de punto de ebullición elevado) del proceso de Müller-Rochow se trata esencialmente de tetraclorodimetilsilano, triclorotrimetilsilano y diclorotetrametilsilano, es decir, de metilclorodisilanos de la composición general Me_{6-x}Cl_xSi₂. Estos se pueden tratar con silicio metalúrgico y HCl a una temperatura de al menos 300°C. En este caso se producen TCS y STC.

En el caso de productos de punto de ebullición elevado en el gas de escape de la precipitación de silicio policristalino (proceso de Siemens) se trata principalmente de clorodisilanos de la composición general H_{6-x}Cl_xSi₂, y en caso dado clorodisiloxanos H_{6-x}Cl_xSi₂O. Además, en los gases de escape están contenidos TCS, STC, DCS.

50 A continuación se explican realizaciones preferentes de la invención y sus diferencias con el estado de la técnica

también por medio de figuras.

Breve descripción de las figuras

5 La fig. 1 muestra la vía a/c para la separación de una mezcla de tres componentes ABC que contiene fracción de bajo punto de ebullición A, fracción de productos de punto de ebullición medio B, y productos de punto de ebullición elevado C según el estado de la técnica.

La fig. 2 muestra una disposición de destilación clásica constituida por una columna de separación, incluyendo evaporador y condensador, así como una columna ascendente, incluyendo evaporador y condensador.

La fig. 3 muestra una columna de pared separadora para la separación de una mezcla de tres componentes según el estado de la técnica.

10 La fig. 4 muestra una configuración de columna según la invención constituida por tres columnas para la separación de una mezcla de tres componentes.

Ambas columnas K1 y K2 en la fig. 4 se comunican con la columna K3 a través de conductos tubulares.

Las columnas K1 y K2 corresponden en este caso al lado izquierdo, o bien al lado derecho de secciones de pared separadora de una columna de pared separadora equivalente.

15 La columna K3 está constituida por una parte de separación 44 (negro) y una parte de concentración 43, que se separan entre sí por medio de una chapa separadora horizontal.

Por consiguiente, ambas secciones en la columna K3 corresponden a la parte de separación y concentración común de la columna de pared separadora equivalente.

20 La invención se emplea preferentemente si está presente un sistema de columnas existente – por ejemplo como se representa en la fig. 2 -, pero en lugar de ello se debe utilizar la tecnología de la columna de pared separadora según la fig. 3.

Ya que la realización según la fig. 4 es equivalente a una columna de pared separadora, de este modo se debe adquirir únicamente una columna adicional menor, que esté unida con ambas columnas existentes a través de conductos tubulares.

25 Esta nueva columna se equipa adicionalmente con al menos un evaporador V y al menos un condensador K.

De este modo se reduce considerablemente el gasto de inversión para la tecnología de pared separadora si en los aparatos existentes K1 y K2 no se deben efectuar medidas adicionales. Únicamente se debe considerar el gasto para una conexión con la columna K3.

30 En el caso de dimensionado razonable de la columna K3, con la invención aumenta el posible rendimiento de la instalación hasta en un 80 % de la capacidad máxima previa.

Las columnas de destilación empleadas en la invención están equipadas preferentemente con etapas de separación de diferente tipo, como platos separadores (por ejemplo platos perforados, válvulas fijas), empaquetaduras irregulares (cuerpos de relleno) o empaquetaduras estructuradas. Los elementos de inserción determinan considerablemente el rendimiento de separación y la pérdida de presión a través de las columnas de destilación.

35 Las columnas de destilación descritas poseen preferentemente 1-200 etapas de separación teóricas, siendo dependiente el número necesario de etapas de separación teóricas de la calidad, o bien del grado de impurificación de la mezcla de partida a descomponer, de los requisitos de pureza especificados del producto objetivo, así como del líquido relativo de diversos componentes de la mezcla de varios componentes, referido al componente clave.

40 Las columnas de destilación se accionan preferentemente a una presión de gas de escape de -1 a +10 bar, y en un intervalo de temperatura de ebullición de -20 a +200°C.

Respecto a una combinación de destilación, constituida por varias instalaciones aisladas, la presión de gas de escape – bajo consideración de aspectos económicos – se puede seleccionar de manera variable.

En este caso, la columna K3 está equipada preferentemente con uno o varios sistemas de evaporador para la

alimentación de energía de calefacción. En el caso de un sistema de evaporador convencional se embrida uno o varios generadores de calor a través de piezas de conexión/piezas de ajuste en los cuerpos de columna de una instalación aislada. El cuerpo de columna está equipado preferentemente con una conexión ulterior para un segundo sistema evaporador.

- 5 En este caso, el generador de calor se puede realizar de las formas más diversas desde el punto de vista técnico de procedimiento – pero preferentemente como evaporador de recirculación natural.

Medios de operación preferentes para la evaporación son vapor de agua y/o aceites térmicos de diferentes grados de presión y temperatura. La selección de medios de operación apropiados se ajusta prioritariamente a aspectos económicos, así como a la disponibilidad.

- 10 Si las columnas de destilación K1 y K2 se acoplan a la columna K3, como en la figura 4, preferentemente al menos un tubo de vapores de la respectiva columna se une directamente al cuerpo de la columna de K3.

Para el reflujo de ambas columnas K1 y K2, los correspondientes conductos de reflujo de la columna K3 se unen directamente al cuerpo de la columna de K1, o bien K2.

- 15 Además, las corrientes de líquido en la cola de ambas columnas K1 y K2 se conducen directamente a la parte de concentración de la columna K3 a través de conductos tubulares correspondientes. Estas corrientes de líquido sirven como reflujo en la parte de concentración de la columna K3. Los vapores de la columna K3 se devuelven a ambas columnas K1 y K2 a través de conductos tubulares correspondientes. A tal efecto se pueden emplear uniones abridadas existentes en las columnas K1 y K2.

- 20 Preferentemente, la columna K3 está equipada además con uno o varios sistemas de condensación para la condensación de vapores, y con ello para la puesta a disposición de la cantidad de reflujo en la columna K3.

- 25 Los componentes no condensables en el primer paso de condensación, constituidos por componentes de menores temperaturas de ebullición y/o gas inerte, se alimentan preferentemente a un paso de condensación ulterior y/o a una elaboración ulterior/otro empleo (preferentemente un sistema lavador). Medios de operación preferentes para la condensación son agua de refrigeración y/o salmuera de refrigeración de diferentes grados de presión y temperatura. La selección de medios de operación apropiados se ajusta predominantemente a aspectos económicos, así como a la disponibilidad.

Las columnas K1 y K2 comprenden preferentemente una o varias tubuladuras de adición y extracción de producto a lo largo de la respectiva camisa de la columna. La situación en volumen y altura del cuerpo de la columna se selecciona en una posición apropiada correspondientemente al diseño termodinámico.

- 30 Ejemplo y ejemplo comparativo

Ejemplo comparativo – conexión clásica

La fig.2 muestra una disposición de destilación clásica que comprende columna de separación K1, incluyendo evaporador V1 y condensador Kond1, así como columna de concentración K2, incluyendo evaporador V2 y condensador Kond2 para la separación de una mezcla de tres componentes.

- 35 La corriente de sustancias F está constituida por una mezcla que contiene clorosilano con una fracción de productos de bajo punto de ebullición, de punto de ebullición medio y de punto de ebullición elevado.

En la columna K1, la fracción de productos de bajo punto de ebullición se separa a través de la corriente de sustancias D1.

- 40 La corriente de sustancias B1 se conduce a la segunda columna K2, en la que se extrae la fracción de productos de punto de ebullición elevado a través de la corriente de sustancias B2, y el producto objetivo (fracción de productos de punto de ebullición medio) a través de la corriente de sustancias D2.

La tabla 1 muestra las fracciones másicas de diversos componentes en las respectivas corrientes parciales según el ejemplo comparativo.

Tabla 1

Corriente de sustancias	F	D1	B1	D2	B2
Componente					
TCS	99,5 %	90 %	99,9 %	99,99 %	99,99 %
DCS	0,5 %	10%	-	-	-
C1	<10 ppmw	-	10 ppmw	1 ppmw	300 ppmw
C2	<0,5 ppmw	10 ppmw	0,04 ppmw	0,04 ppmw	-
C3	<10 ppmw	20 ppmw	-	-	-

En el caso de C1-C3 se trata de impurezas en trazas, como metilclorosilanos, hidrocarburos y compuestos de sustancias de dopaje.

5 Ejemplo

La fig. 4 muestra una forma preferente de realización de una configuración de columna según la invención, que comprende una primera columna K1, una segunda columna K2, así como una tercera columna K3, incluyendo evaporador V y condensador K.

10 La corriente de sustancias F está constituida por una mezcla que contiene clorosilano con una fracción de productos de bajo punto de ebullición, de punto de ebullición medio y de punto de ebullición elevado. Esta corriente de sustancias se añade a la columna K1.

En la columna K3 se separa la fracción de productos de bajo punto de ebullición (que contiene DCS y C3) a través de la corriente de sustancias D. La fracción de productos de punto de ebullición elevado (que contiene C1) se separa igualmente en la columna K3 a través de la corriente de sustancias B.

15 En la columna K2 se extrae el producto objetivo M (fracción de productos de punto de ebullición medio, que contiene TCS) a través de una extracción lateral.

La tabla 2 muestra las fracciones másicas de los componentes aislados en las respectivas corrientes parciales según ejemplo.

Tabla 2

Corriente de sustancias	F	D	B	M
Componente				
TCS	99,5 %	90 %	99,9 %	99,99 %
DCS	0,5 %	10%	-	-
C1	<10 ppmw	-	300 ppmw	1 ppmw

ES 2 629 107 T3

Corriente de sustancias	F	D	B	M
C2	<0,5 ppmw	10 ppmw	-	0,04 ppmw
C3	< 10 ppmw	20 ppmw	-	-

Frente al ejemplo comparativo se evidencia que se puede prescindir respectivamente de un evaporador y un condensador.

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la separación destilativa de una mezcla de tres o más componentes (F), que contiene al menos una fracción de bajo punto de ebullición, al menos una fracción de productos de punto de ebullición medio, y al menos una fracción de productos de punto de ebullición elevado, alimentándose la mezcla de tres o más componentes (F) a una primera columna de destilación (K1), estando presentes tres columnas de destilación (K1, K2, K3) que están acopladas materialmente entre sí, estando comunicados vapores de una primera columna de destilación (K1) con la parte de concentración (34) de una segunda columna de destilación (K3), y estando comunicada la parte de concentración de la segunda columna de destilación (K3) con los vapores de una tercera columna de destilación (K2), y estando comunicadas las extracciones de cola de la primera columna de destilación (K1) con la parte de separación (44) de la segunda columna de destilación (K3), y estando comunicada la parte de separación (44) de la segunda columna de destilación (K3) con la cola de la tercera columna de destilación (K2), presentando la segunda columna de destilación (K3) una pared separadora horizontal impermeable, que separa parte de separación (44) y parte de concentración (34) de la segunda columna de destilación (K3), comprendiendo la segunda columna de destilación (K3) un evaporador (V), así como un condensador (K), separándose una fracción de cola (B) que contiene al menos una fracción de productos de punto de ebullición elevado y una fracción de cabeza (D) que contiene al menos una fracción de bajo punto de ebullición a partir de la segunda columna de destilación (K3), separándose al menos una fracción de productos de punto de ebullición medio (M) a través de una extracción lateral de la tercera columna de destilación (K2).
- 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, accionándose las columnas de destilación (K1, K2, K3) a una presión de gas de escape de -1 a + 10 bar y un intervalo de temperaturas de ebullición de -20 a + 200 °C.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o según la reivindicación 2, comprendiendo al menos la segunda columna de destilación (K3) uno o varios sistemas evaporadores (V), que utilizan vapor de agua o aceites térmicos de diferentes grados de presión y temperatura como medios de operación.
- 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, comprendiendo al menos la segunda columna de destilación (K3) uno o varios sistemas de condensación (K), que utilizan agua de refrigeración o salmuera de refrigeración de diferentes grados de presión y temperatura como medios de operación.
- 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, alimentándose componentes de la corriente de cabeza no condensables a un paso de condensación ulterior y/o a un sistema lavador en un primer paso de condensación.
- 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, conteniendo la mezcla de tres o más componentes clorosilanos como productos de punto de ebullición medio (M).
- 7.- Dispositivo para la separación por destilación de una mezcla de tres o más componentes (F), que comprende tres columnas de destilación (K1, K2, K3) que están acopladas materialmente entre sí, estando comunicados vapores de una primera columna de destilación (K1) con la parte de concentración (34) de una segunda columna de destilación (K3), y estando comunicada la parte de concentración de la segunda columna de destilación (K3) con los vapores de una tercera columna de destilación (K2), y estando comunicadas las extracciones de cola de la primera columna de destilación (K1) con la parte de separación (44) de la segunda columna de destilación (K3), y estando comunicada la parte de separación (44) de la segunda columna de destilación (K3) con la cola de la tercera columna de destilación (K2), presentando la segunda columna de destilación (K3) una pared separadora horizontal impermeable y un evaporador, así como un condensador, presentando la tercera columna de destilación (K2) una o varias extracciones laterales por debajo de la extracción de cabeza y por encima de la extracción de cola.
- 8.- Dispositivo según la reivindicación 7, presentando la primera y la tercera columna de destilación (K1, K2) 1-200 etapas de separación teóricas.
- 9.- Dispositivo según la reivindicación 7 o según la reivindicación 8, comprendiendo al menos la segunda columna de destilación (K3) uno o varios sistemas evaporadores (V) para la evaporación de corrientes de cola líquidas, que están embridadas respectivamente en los cuerpos de la columna.
- 10.- Dispositivo según una de las reivindicaciones 7 a 9, comprendiendo al menos la segunda columna de destilación uno o varios sistemas de condensación (K) para la condensación de corrientes de vahos en forma de vapor.

Fig. 1

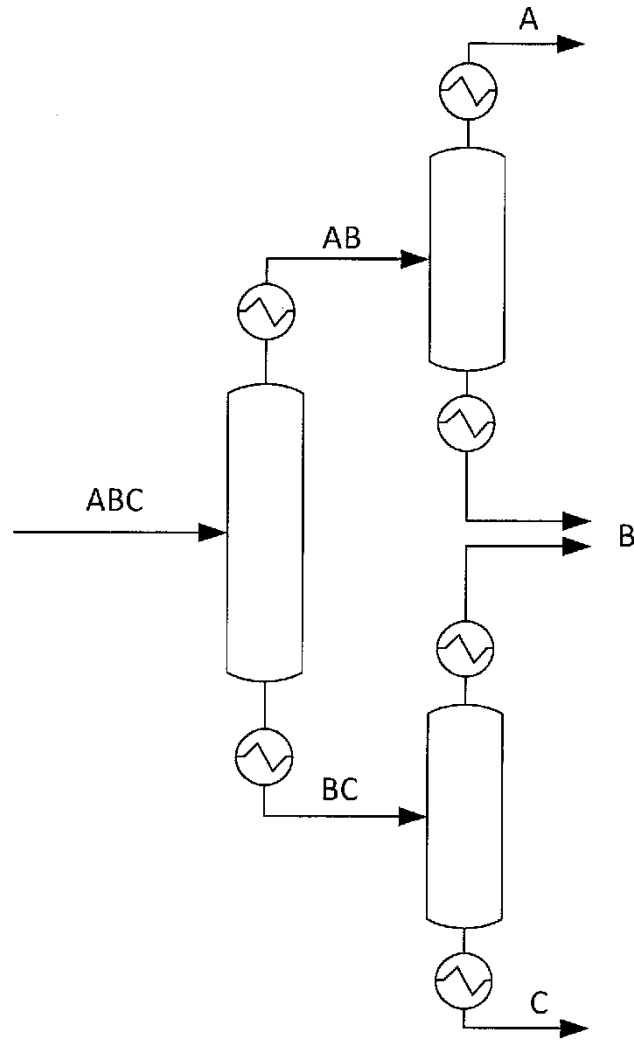


Fig. 2

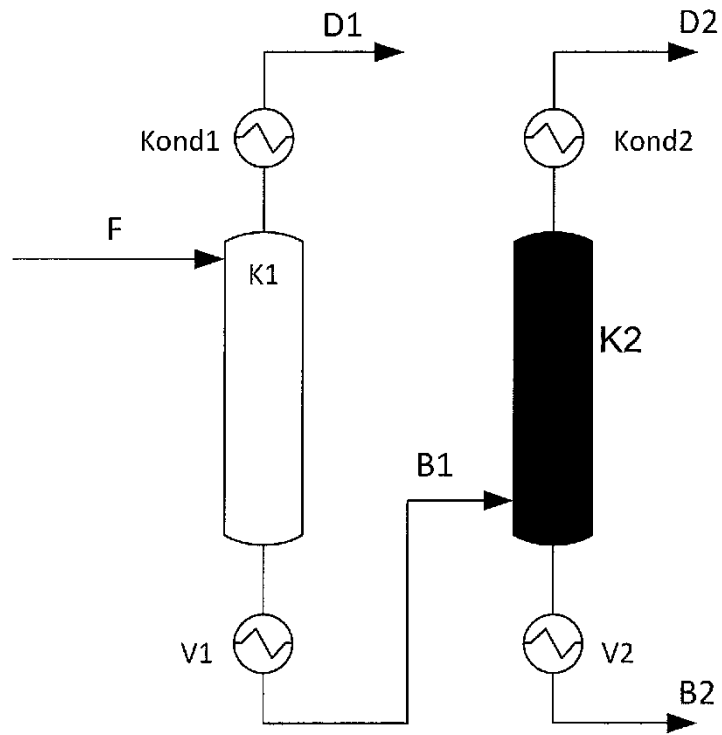
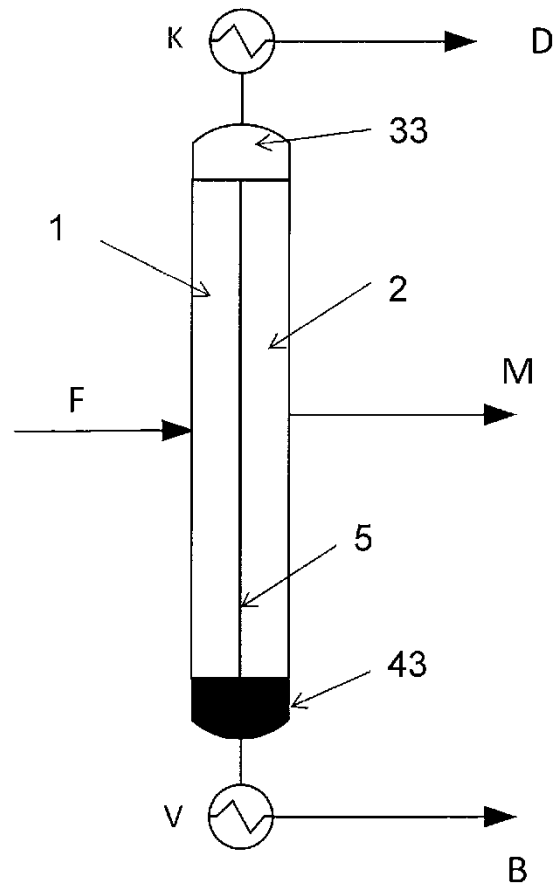


Fig. 3



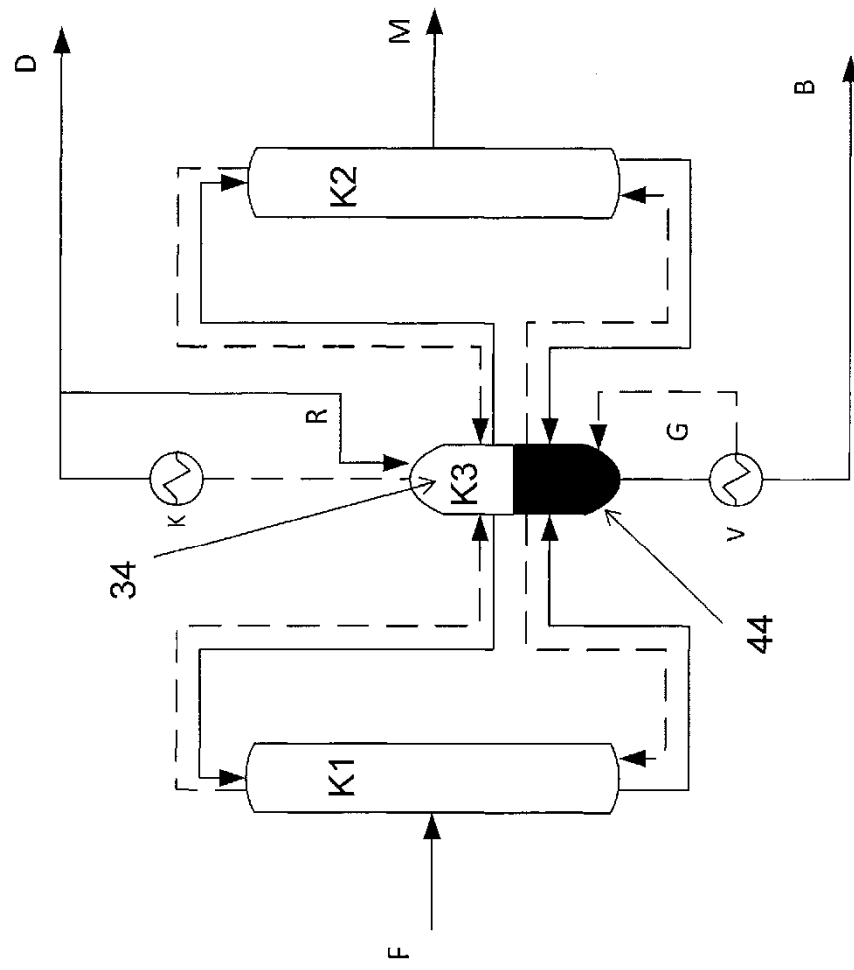


Fig. 4