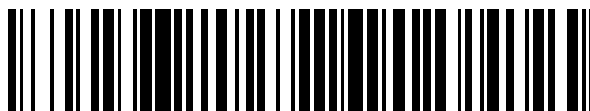


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 641 481**

51 Int. Cl.:

B01D 3/14 (2006.01)

C01B 33/107 (2006.01)

C07F 7/20 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.03.2014 PCT/EP2014/056055**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.10.2014 WO14173604**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.03.2014 E 14714965 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **09.08.2017 EP 2988841**

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

30 Prioridad:

22.04.2013 DE 102013207282

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

10.11.2017

73 Titular/es:

**WACKER CHEMIE AG (100.0%)
Hanns-Seidel-Platz 4
81737 München, DE**

72 Inventor/es:

**SCHREIEDER, FRANZ;
AIGNER, MAXIMILIAN y
PROCHASKA, JAN**

74 Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 2 641 481 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 la rectificación, o bien destilación de una mezcla de tres o más componentes, es decir, a un procedimiento para la separación por destilación de una mezcla presente en sus componentes, así como a un dispositivo para la puesta en práctica del procedimiento mediante acoplamiento apropiado de 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.

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. Una parte de concentrado se evapora mediante una calefacción (por ejemplo un evaporador de recirculación natural), que está incorporada en la zona de la cola. 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 condensado se devuelve de nuevo a la columna y desciende en contracorriente como reflujo respecto a los vapores ascendentes (reflujo).

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.

La fig. 1 muestra posibilidades 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.

25 En este caso, 11 muestra la vía a, 12 muestra el acoplamiento material con separación previa, 13 muestra el acoplamiento material con columna previa, 14 muestra una columna de pared separadora clásica.

30 En el caso de vía a 11 se separa en una primera columna los productos de bajo punto de ebullición A como producto de cabeza. La fracción de cola es una mezcla de productos de punto de ebullición media B y productos de punto de ebullición elevado C, que se separa en una columna post-conectada en ambas sustancias puras B y C.

35 En el acoplamiento material con separación previa (vía a/c) 12, la separación en la primera columna se efectúa de modo que el producto de cabeza no contiene productos de punto de ebullición elevado C y el producto de cola no contiene productos de bajo punto de ebullición A. La separación se efectúa, por consiguiente, entre la fracción de productos de bajo punto de ebullición A y la fracción de productos de punto de ebullición elevado C. 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. Ambas fracciones AB y BC se descomponen en los productos A, B, C puros en una columna post-conectada en cada caso. De este modo, la variante 12 requiere tres pasos de separación.

En el caso de la vía c (no representada), en la primera columna C se separa como producto de cola puro y la mezcla AB pasa a la segunda columna como producto de cabeza, habitualmente en forma de vapor.

40 En la separación de una mezcla de tres componentes es válido en principio que la selección de la vía apropiada (vía a, vía c, vía a/c) depende de la composición de la adición.

En el caso de contenidos elevados en productos de bajo punto de ebullición A es preferente la vía a. Por otra parte, la vía c es preferente en el caso de contenidos elevados en productos de punto de ebullición elevado C.

Si la fracción de punto de ebullición medio B es elevada, se selecciona preferentemente la vía a/c.

45 En el caso de acoplamiento material con columna previa 13, ambas columnas están acopladas materialmente (para el acoplamiento material doble; la denominada conexión de Petlyuk).

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.

La fig. 1 – nº 14 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 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.

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

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

En la parte de extracción – 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.

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 móviles.

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.

Por lo tanto, para la separación de mezclas de varios componentes, 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.

Sería deseable minimizar el consumo de energía de la instalación de destilación total. En este caso se está sujeto a ciertos límites en la consideración exclusiva de tareas de separación aisladas.

En todo caso entran en consideración el empleo de nuevos elementos de inserción, que posibilitan una menor pérdida de presión, y con ello una pérdida de energía minimizada con un alto rendimiento de separación, así como una regulación optimizada (control de proceso).

Como posibilidad ulterior entra en consideración una compresión de vapores, que, debido a los altos costes de inversión y a la utilización de energía pura (corriente, es rentable solo si las sustancias de la mezcla de varios componentes a separar presentan exponentes adiabáticos suficientemente elevados, que permitirían una modificación de temperatura elevada con un gasto de compresión relativamente reducido.

Si en el lugar de producción considerado se dispone de calores de escape de bajo valor, es preferente la

utilización de estos calores de escape como medio de calefacción para la destilación, en general de una compresión de vapores bajo empleo de energía pura (corriente).

Medidas como un acoplamiento térmico (unión térmica a través de cambiador de calor), a través del cual se puede reducir el consumo de energía específico, ofrecen posibilidades versátiles.

5 El documento US 2012048719 A1 da a conocer un procedimiento para la separación térmica de mezclas de silano, que contienen silanos seleccionados a partir de alquilclorosilanos e hidrogenoclorosilanos, en un dispositivo de destilación, en el que al menos una parte de calor para el calentamiento del dispositivo de destilación de vapores se transmite a un dispositivo de destilación ulterior, y en el que se obtiene un producto de silano con impurezas de un máximo de 200 ppm.

10 En este caso es desfavorable la graduación de presión necesaria, si a través de la mezcla de sustancias a separar no se da una separación de temperaturas inherente. Además, en el caso de diferencias de temperatura reducidas entre lado de calefacción y lado de producto, la consecuencia puede ser una demanda de superficie elevada para el cambiador de calor conectado en posición intermedia.

15 Mediante las columnas de pared separadora ya descritas, respecto a costes de operación e inversión son realizables ahorros totales de aproximadamente un 30 % 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.

20 Sin embargo, las columnas de pared separadora se debían dimensionar casi siempre más 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.

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.

25 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.

30 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 elevado, alimentándose la mezcla de tres o más componentes a una primera columna, a través de la que se separa al menos un producto de punto de ebullición elevado como fracción de cola y se alimenta una fracción de cabeza a una segunda columna, separándose en la segunda columna al menos un producto de punto de ebullición medio a través de una extracción lateral y al menos un producto de bajo punto de ebullición como fracción de cabeza, así como devolviéndose una extracción de cola de la segunda columna de nuevo a la primera columna como reflujo, presentando ambas columnas de destilación paredes de separación verticales, que llegan hasta el extremo superior del espacio interior de la columna en la primera columna de destilación, y hasta el extremo inferior del espacio interior de la columna en la segunda columna de destilación.

40 La tarea se soluciona también mediante un dispositivo para la separación por destilación de una mezcla de tres o más componentes, que comprende dos columnas de destilación que están acopladas materialmente entre sí, estando comunicados vapores de una primera columna de destilación, a la que se alimenta la mezcla de tres o más componentes, con la cola de una segunda columna de destilación, y estando comunicadas las descargas de cola de la segunda columna de destilación con una sección de reflujo de la primera columna de destilación, presentando ambas columnas de destilación paredes separadoras verticales, que se extienden hasta el extremo superior del espacio interior de la columna en la primera columna de destilación, y hasta el extremo inferior del espacio inferior de la columna en la segunda columna de destilación, presentando la segunda columna una o varias extracciones laterales por debajo de la extracción de cabeza y por encima de la extracción de cola.

50 La invención prevé acoplar materialmente columnas de destilación entre sí. Además, en cada una de las columnas de destilación se introducen paredes separadoras verticales.

Mediante el acoplamiento material de ambas columnas de destilación se obtiene una adición de las etapas de separación teóricas de ambas columnas. En el caso de empleo de dos columnas de la misma construcción, de

este modo resulta una duplicación de las etapas de separación teóricas.

El acoplamiento material se realiza presentando cada una de las columnas, con las demás en cada caso, al menos dos conexiones en puntos separados espacialmente.

5 Dos columnas de tal naturaleza acopladas materialmente son equivalentes respecto a la demanda de energía con una única columna de pared separadora. Por consiguiente, se pueden realizar grandes ahorros de energía, produciéndose costes de inversión menores en comparación con la nueva adquisición de una columna de pared separadora convencional, aislada, ya que las columnas de destilación convencionales, ya existentes, se pueden transformar y conectar entre sí en el ámbito de una reforma de columnas de pared separadoras, de modo que estas dos columnas de destilación citadas, provistas de paredes separadoras, cumplen la tarea de una columna de pared separadora según el estado de la técnica.

10 Las columnas acopladas materialmente pueden estar equipadas respectivamente de un evaporador y/o condensador propio.

15 La fracción de bajo punto de ebullición y la fracción de punto de ebullición elevado se pueden extraer de diferentes columnas. Las presiones de operación de las columnas se ajustan de modo que se mantenga el sentido de circulación prescrito. También es posible evaporar parcial o completamente la corriente de cola de la primera columna en un evaporador, y conducir a continuación la misma en dos fases, o en forma de una corriente gaseosa y una corriente líquida, a la segunda columna.

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.

20 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.

25 En una combinación para la obtención de silicio policristalino se genera TCS como silano crudo a partir de silicio metalúrgico y 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 hidrógeno, 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.

40 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.

45 A continuación se explican la invención y sus diferencias con el estado de la técnica por medio de figuras.

Breve descripción de las figuras

La fig. 1 muestra conexiones de varias columnas, así como una columna de pared separadora según el estado de la técnica.

La fig. 2 muestra la conexión de dos columnas provistas de paredes separadoras según la invención.

La fig. 3 muestra una conexión clásica de columnas de destilación constituidas por una columna de descarga con evaporador y condensador, así como una segunda columna de destilación con evaporador y condensador.

5 La fig. 4 muestra una columna tandem de pared separadora según la invención con evaporador y condensador, como se emplea en el ejemplo.

10 La fig. 2 muestra una columna de pared separadora mediante acoplamiento de dos columnas de destilación existentes TWK1 y TWK2 según la invención. La invención prevé acoplar materialmente entre sí columnas de destilación existentes, es decir, alimentar los vapores de la primera columna directamente a la cola de la columna de la segunda columna, así como poner a disposición de la primera columna la extracción y/o las extracciones de cola de las demás columnas como reflujo. Ambos aparatos aislados se equipan con las paredes separadoras, elementos de inserción y extracciones laterales necesarias en el ámbito de la reforma.

La realización según la fig. 2 es equivalente a la columna de pared separadora 14 en la fig. 1 desde el punto de vista energético. En contrapartida a la nueva inversión, la transformación se puede efectuar con menor gasto de inversión.

15 Las columnas de destilación 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 decisivamente los rendimientos de separación, así como la pérdida de presión a través de las columnas de destilación.

20 Las citadas columnas de destilación poseen preferentemente 1-200 etapas de separación teóricas, siendo dependiente el número necesario de etapas de separación teóricas de la calidad/grado de impurificación de la mezcla de partida a descomponer, de los requisitos de pureza especificados del producto objetivo, así como de la volatilidad relativa de los componentes aislados de la mezcla de varios componentes (referido al componente clave).

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.

25 Respecto a una combinación de destilación, constituida por varias instalaciones aisladas, las presiones de gas de escape – bajo consideración de aspectos económicos – se pueden seleccionar independientemente entre sí.

En este caso, las citadas columnas de destilación/instalaciones aisladas, están equipadas preferentemente con uno o varios sistemas evaporadores para la alimentación de energía de calefacción.

30 En el caso de un sistema evaporador convencional se abridan uno o varios generadores de calor al cuerpo de la columna de un aparato aislado a través de piezas de unión/adaptadores.

En este caso, desde el punto de vista técnico de procedimiento, el generador de calor puede ser realizado en las más diversas formas – pero preferentemente como evaporador de recirculación natural –.

El cuerpo de la columna está equipado preferentemente con una conexión ulterior para un segundo sistema evaporador.

35 Si se acoplan entre sí dos columnas de destilación, como en la fig. 2, al menos un tubo de vapores de la primera columna se abre directamente al cuerpo de la columna de la segunda columna.

A tal efecto, en tanto esté presente, se puede emplear una unión por brida en el cuerpo de la columna. Si esta conexión no está presente, ésta se debe incorporar posteriormente.

40 El tubo de vapores es realizado preferentemente como tubo doble. Esto posibilita calentar otra columna en conexión por medio de la descarga de vapor. De este modo se puede evitar condensación en el tubo de vapores.

Para el reflujo de la primera columna se emplea la descarga de cola de la segunda columna. A tal efecto se pueden conectar, a modo de ejemplo, las bombas de recirculación de la primera columna con la extracción de cola de la segunda columna, en tanto las bombas se muestren apropiadas.

45 Materiales de servicio preferentes para la evaporación son vapor de agua y/o aceites térmicos de diversos grados de presión y temperatura.

La selección de los diferentes materiales de servicio se ajusta fundamentalmente a diversos aspectos, así como la disponibilidad.

5 Las citadas columnas de destilación/instalaciones aisladas están equipadas preferentemente con uno o varios sistemas de condensación para la condensación de los vapores, para la puesta a disposición de la cantidad de recirculación en la respectiva columna.

En el primer paso de condensación se alimentan cantidades de vapores no condensables, constituidas por componentes de bajas temperaturas de ebullición y/o gas inerte, a un segundo paso de condensación y/o a una elaboración ulterior/otro empleo (preferentemente a un sistema lavador).

10 Materiales de servicio preferentes para la condensación son agua de refrigeración y/o salmueras refrigerantes de diferentes grados de presión y temperatura.

La selección de los diferentes materiales de servicio se ajusta fundamentalmente a diversos aspectos, así como la disponibilidad.

15 Para el modo de operación como columna de pared separadora, en una o ambas columnas se requiere una o preferentemente varias extracciones laterales, en las que se extrae el producto objetivo, si se trata de un producto de punto de ebullición medio puro B.

La posición en volumen y altura del cuerpo de la columna se debe seleccionar correspondientemente al diseño termodinámico en la posición correcta. Si la extracción se debe situar entre ambas columnas, correspondientemente a este diseño térmico, el producto objetivo se puede extraer del conducto de recirculación "a la derecha de la pared separadora" de una de las columnas.

20 Ejemplo y ejemplo comparativo

Ejemplo comparativo – conexión clásica

La fig.3 muestra una disposición de destilación clásica constituida por una columna de separación, incluyendo evaporador y condensador, así como una columna de concentración, incluyendo evaporador y condensador.

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

30 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 máxicas 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

ES 2 641 481 T3

Corriente de sustancias	F	D1	B1	D2	B2
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.

Ejemplo – columna de pared separadora

- 5 La fig. 4 muestra una forma preferente de realización de una configuración de columna según la invención, que comprende una primera columna de destilación TWK1, que es realizada como columna de pared separadora, incluyendo evaporador, así como una segunda columna de destilación TWK2, que es realizada igualmente como columna de pared separadora, incluyendo condensador.
- 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. En la columna TWK1 se separa la fracción de productos de punto de ebullición elevado (que contiene C1) a través de la corriente de sustancias B. En la segunda columna TWK2 se extrae la fracción de productos de bajo punto de ebullición (que contiene DSC y C3) a través de la corriente de sustancias D, y el producto objetivo (fracción de punto de ebullición medio que contiene TCS) a través de la corriente de sustancias M.
- 15 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
C2	<0,5 ppmw	10 ppmw	-	0,04 ppmw
C3	< 10 ppmw	20 ppmw	-	-

- 20 Frente al ejemplo comparativo, por medio de la fig. 4 se evidencia que se puede prescindir respectivamente de un evaporador y un condensador.

REIVINDICACIONES

- 5 1.- 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 elevado, alimentándose la mezcla de tres o más componentes a una primera columna, a través de la que se separa al menos un producto de punto de ebullición elevado como fracción de cola y se alimenta una fracción de cabeza a una segunda columna, separándose en la segunda columna al menos un producto de punto de ebullición medio a través de una extracción lateral y al menos un producto de bajo punto de ebullición como fracción de cabeza, así como devolviéndose una extracción de cola de la segunda columna de nuevo a la primera columna como reflujo, presentando ambas columnas de destilación paredes de separación verticales, que llegan hasta el extremo superior del espacio interior de la columna en la primera columna de destilación, y hasta el extremo inferior del espacio interior de la columna en la segunda columna de destilación.
- 10 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, accionándose las columnas a una presión de gas de escape de -1 a + 10 bar y un intervalo de temperaturas de ebullición de -20 a + 200 °C.
- 15 3.- Procedimiento según la reivindicación 1 o según la reivindicación 2, comprendiendo las columnas uno o varios sistemas evaporadores, que utilizan vapor de agua o aceites térmicos de diferentes grados de presión y temperatura como medios de operación.
- 20 4.- Procedimiento según las reivindicaciones 1 a 3, comprendiendo las columnas uno o varios sistemas de condensación que utilizan agua de refrigeración o salmuera de refrigeración de diferentes grados de presión y temperatura como medios de operación.
- 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, alimentándose componentes de corriente de cabeza no condensables a un paso de condensación ulterior y/o a un sistema lavador en un primer paso de condensación.
- 25 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.
- 30 7.- Dispositivo para la separación destilativa de una mezcla de tres o más componentes, que comprende que comprende dos columnas de destilación que están acopladas materialmente entre sí, estando comunicados vapores de una primera columna de destilación, a la que se alimenta la mezcla de tres o más componentes, con la cola de una segunda columna de destilación, y estando comunicadas las descargas de cola de la segunda columna de destilación con una sección de reflujo de la primera columna de destilación, presentando ambas columnas de destilación paredes separadoras verticales, que se extienden hasta el extremo superior del espacio interior de la columna en la primera columna de destilación, y hasta el extremo inferior del espacio interior de la columna en la segunda columna de destilación, presentando la segunda columna 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 ambas columnas 1 – 200 etapas de separación teóricas.
- 35 9.- Dispositivo según la reivindicación 7 o según la reivindicación 8, comprendiendo al menos la primera columna de destilación uno o varios sistemas evaporadores para la evaporación de corrientes de cola líquidas, que están abridadas respectivamente a los cuerpos de 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 para la condensación de corrientes de vahos en forma de vapor.

40

Fig. 1 (estado de la técnica)

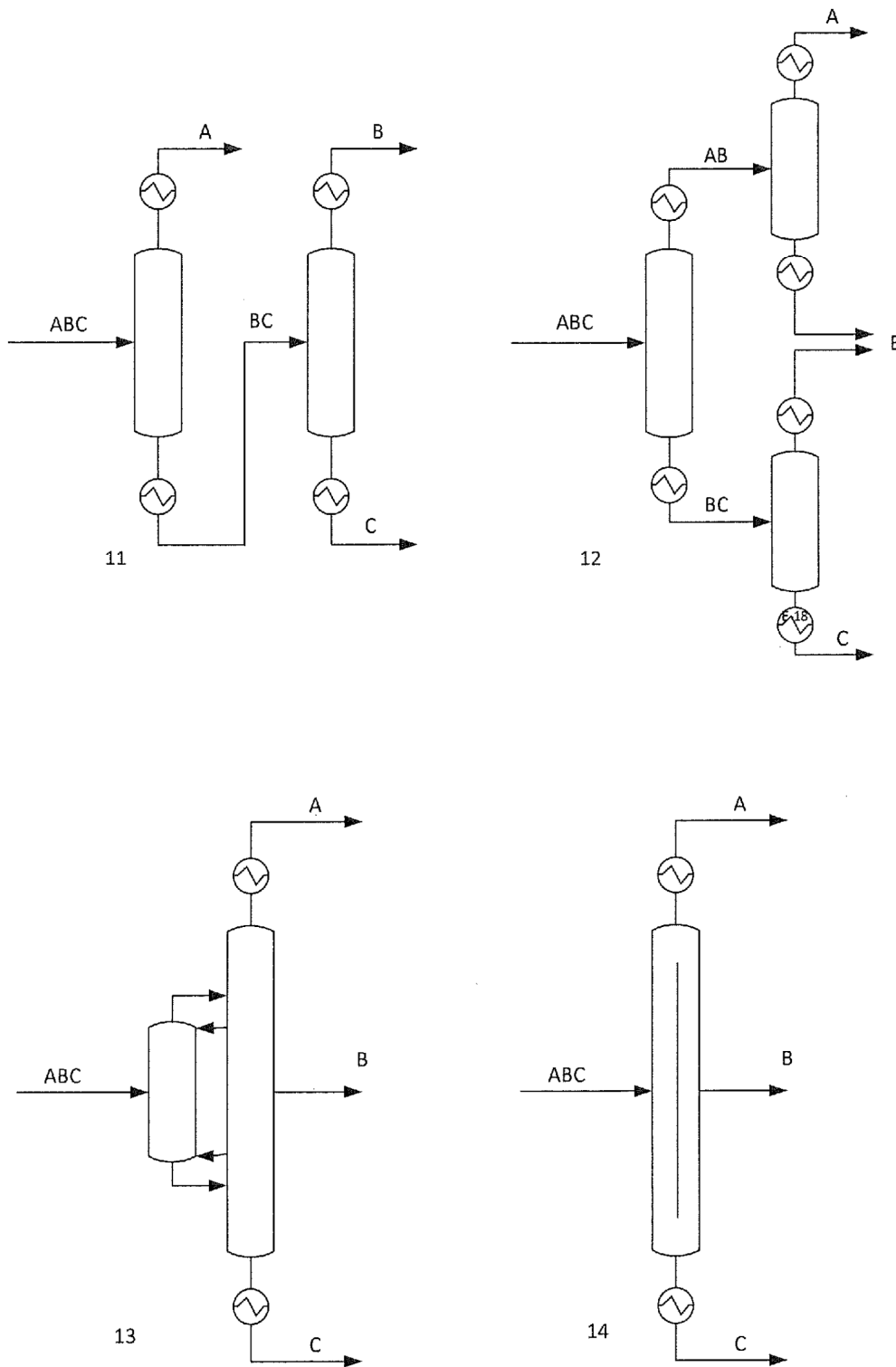


Fig. 2

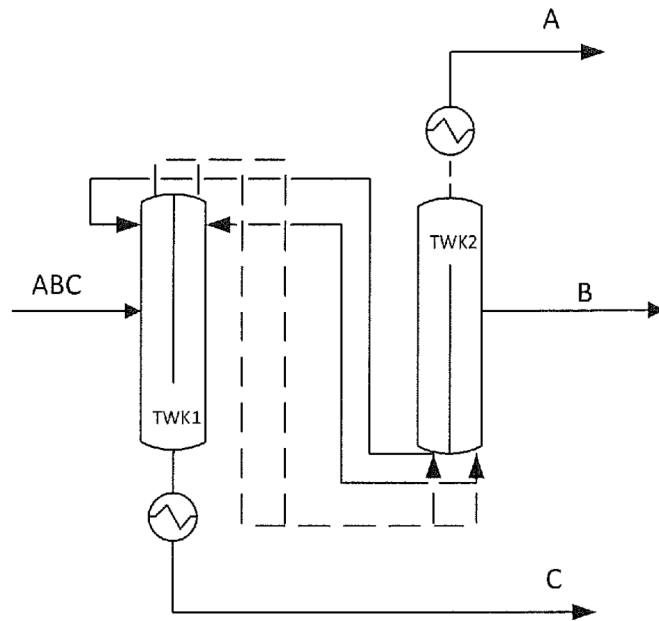


Fig. 3 (estado de la técnica)

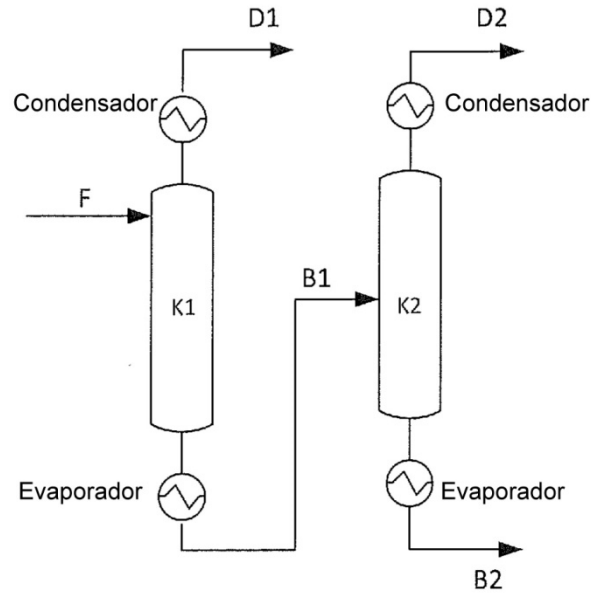


Fig. 4

