

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 669 868**

51 Int. Cl.:

**C07C 41/09** (2006.01)

**C07C 41/42** (2006.01)

**C07C 43/04** (2006.01)

**B01D 3/00** (2006.01)

**B01D 3/14** (2006.01)

**B01D 3/16** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **26.01.2015 PCT/EP2015/051425**

87 Fecha y número de publicación internacional: **06.08.2015 WO15113914**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.01.2015 E 15701344 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.03.2018 EP 3099659**

54 Título: **Procedimiento e instalación para la producción de dialquiléter**

30 Prioridad:

**28.01.2014 EP 14152850**

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

**29.05.2018**

73 Titular/es:

**AKZO NOBEL CHEMICALS INTERNATIONAL B.V.  
(100.0%)  
Stationsstraat 77  
3811 MH Amersfoort, NL**

72 Inventor/es:

**KISS, ANTON, ALEXANDRU;  
BILDEA, COSTIN, SORIN y  
PATRUT, CATALIN**

74 Agente/Representante:

**ELZABURU, S.L.P**

ES 2 669 868 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 e instalación para la producción de dialquiléter

La presente invención atañe a un procedimiento y a una instalación para la producción de un dialquiléter mediante la deshidratación parcial de alcoholes de 1 a 3 átomos de carbono. Un ejemplo específico es la conversión de metanol en la producción de dimetiléter.

Tradicionalmente, el dimetiléter se produce mediante la deshidratación catalítica de metanol en fase gaseosa en un reactor de tubería. El producto se enfría y se destila para dar un dimetiléter de pureza suficiente.

Se ha propuesto intensificar los procesos que implican las etapas de conversión y destilación, por ejemplo, mediante la denominada destilación catalítica o reactiva. Zhigang Lei c.s. describe en "*Synthesis of dimethyl ether (DME) by catalytic distillation*", (Síntesis de dimetiléter (DME) mediante destilación catalítica), *Chemical Engineering Science*, 66 (2011), páginas 3195-3203 un procedimiento que emplea una columna de destilación reactiva para la conversión de metanol a dimetiléter. La conversión y la destilación tienen lugar en la misma columna. El dimetiléter producido se destila y se alimenta una mezcla de agua y metanol a la siguiente columna de destilación. El procedimiento descrito requiere al menos 30 etapas o un reactor de lecho fijo aguas arriba.

Maleta c.s. describe en "*Understanding process intensification in cyclic distillation systems*" (Comprendiendo la intensificación de procesos en sistemas de destilación cíclica), *Chemical Engineering and Processing*, 50 (2011), páginas 655-664 la denominada destilación cíclica. Una columna de destilación cíclica tiene un ciclo de funcionamiento que incluye un período de flujo de vapor – cuando fluye vapor hacia arriba a través de la columna y el líquido permanece estacionario en cada placa – y un período de flujo líquido cuando se detiene el flujo de vapor, se proporcionan reflujo y corriente de líquido de alimentación y el líquido fluye hacia abajo desde cada bandeja a la siguiente situada por debajo, por gravedad. También se menciona la destilación cíclica catalítica. Debido a la caída de presión en cada etapa, el número de etapas que se puede usar es típicamente relativamente bajo, generalmente por ejemplo 15.

El documento de la patente de Estados Unidos 2009/069607 describe un procedimiento para la producción de dialquiléter que comprende alimentar una corriente que comprende un alcohol alquílico a un sistema reactor de columna de destilación, de manera que en el sistema reactor de columna de destilación simultáneamente (i) se pone en contacto el alcohol alquílico con una estructura de destilación catalítica en una zona de reacción catalítica de forma que de ese modo al menos una parte del alcohol alquílico reacciona catalíticamente para formar el correspondiente dialquiléter y agua y (ii) se fracciona el dialquiléter resultante del agua; se hace funcionar el sistema reactor de columna de destilación para obtener una conversión sustancialmente completa del alcohol alquílico para formar el correspondiente dialquiléter y agua; se recupera el dialquiléter del reactor de columna de destilación como la fracción de la parte superior; se recupera el agua del reactor de columna de destilación como la fracción de la parte inferior o fondo de la columna.

Aunque la destilación reactiva da como resultado un procedimiento de producción intensificado y mejorado, todavía existe una necesidad permanente de alcanzar rendimientos con mayores purezas. Por lo tanto, el objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento que dé como resultado producciones de mayor pureza.

El objetivo de la invención se consigue con un procedimiento para la producción de dialquiléter en el cual se alimenta un alcohol en una columna de destilación cíclica que comprende un calderín en su fondo, un condensador en su parte superior, una entrada para alimentación a un nivel situado entre el calderín y el condensador y una pila de etapas en el interior de la columna, incluyendo etapas que llevan un lecho de material catalítico. Las etapas comprenden compuertas las cuales por etapa se mueven simultáneamente entre una posición de flujo de vapor, permitiendo que el vapor fluya hacia arriba a través de los lechos catalíticos durante el período de flujo de vapor, y una posición de flujo de líquido, permitiendo que el líquido fluya de una etapa superior a una etapa inferior durante un período de flujo de líquido. Según la presente invención el alcohol es o comprende un alcohol que tiene de 1 a 3 átomos de carbono (es decir, metanol, etanol, 1-propanol o 2-propanol). De acuerdo con ello, el dialquiléter producido mediante el procedimiento según la invención es dimetiléter, dietiléter, dipropiléter o diisopropiléter. Nótese que la expresión "el alcohol comprende un alcohol que tiene de 1 a 3 átomos de carbono" significa que se incluyen mezclas que comprenden al menos 70 % en peso de dicho alcohol, preferiblemente al menos 80 % en peso de dicho alcohol, más preferiblemente al menos 90 % en peso de dicho alcohol y, lo más preferible, al menos 97 % en peso de dicho alcohol. La frase "el alcohol es un alcohol que tiene de 1 a 3 átomos de carbono" quiere decir que se trata de alcoholes que tienen de 1 a 3 átomos de carbono con una pureza de al menos 98 %.

Se ha encontrado que tal operación cíclica o periódica da como resultado tasas muy altas de conversión y producciones de muy alta pureza, incluso con un número de etapas relativamente bajo, por ejemplo, menor de 25 etapas.

Las etapas pueden comprender por ejemplo una bandeja con un piso superior de bandeja y un piso inferior de bandeja con orificios alineados, mientras que las compuertas comprenden un émbolo que, selectivamente, cierra el orificio del piso superior de la bandeja o el orificio asociado alineado del piso inferior de la bandeja. Esto evita la

mezcla de líquidos de diferentes etapas. Se ha encontrado que esto aumenta de forma sustancial el rendimiento de la unidad de destilación.

Un ejemplo específico de una columna de destilación especialmente adecuada para funcionamiento cíclico o periódico se describe en el documento de la patente de Estados Unidos 2010/0221156.

- 5 La columna de destilación cíclica catalítica puede comprender por ejemplo una sección rectificadora con etapas de rectificación en su parte superior, una sección de extracción con etapas de extracción en el fondo y etapas de reacción entre las secciones de rectificación y de extracción. Las etapas de reacción pueden comprender material catalítico. En las etapas de rectificación, se separa el alcohol del vapor de dialquileter, mientras que en las etapas de extracción se separa el agua del alcohol.
- 10 La corriente de alimentación de alcohol entra en la columna a nivel de las etapas de reacción. Si el alcohol es metanol, típicamente se alimentará a la columna en forma de fase líquida saturada. El alcohol pasa por el material catalítico de las etapas de reacción y se deshidrata para formar una mezcla de dialquileter y agua. La mezcla líquida de agua con alcohol sin reaccionar fluye en sentido descendente hacia la sección de extracción, donde se extrae el alcohol del agua y se devuelve con un flujo de vapor hacia arriba. La mezcla de vapor de dialquileter con alcohol sin reaccionar fluye en sentido ascendente hacia la sección de rectificado, en la cual las condiciones de temperatura son tales que el alcohol líquido se separa parcialmente del vapor de dialquileter. Si el condensador es un condensador parcial, el vapor que deja la sección de rectificado se condensa parcialmente. El líquido condensado se devuelve a continuación como reflujo a la columna mientras que el vapor sin condensar se descarga, por ejemplo, con una pureza de dialquileter que supera el 50 % molar. De forma alternativa, se puede usar un condensador total, de tal forma que el vapor que deja la sección de rectificado se condensa completamente. En ese caso, una parte del líquido condensado se devuelve como reflujo a la columna, mientras que el resto del líquido condensado se descarga de la misma. De manera opcional, el dialquileter descargado se puede alimentar a una siguiente columna de destilación, por ejemplo, una columna de destilación cíclica o no cíclica, para purificación y separación del alcohol adicionales.
- 25 En el fondo de la columna de destilación cíclica se proporciona un calderín. La mezcla separada de agua y alcohol se hace hervir de nuevo. El vapor de alcohol se devuelve a la columna mientras que el agua líquida purificada se descarga, por ejemplo, con una pureza mayor del 50 % molar. De forma opcional, el agua descargada se puede alimentar a una columna de destilación siguiente, por ejemplo, una columna de destilación cíclica o no cíclica, para purificación adicional del agua.
- 30 Dentro de la columna, el alcohol de reflujo fluye hacia abajo y proporciona enfriamiento y condensación parcial de los vapores que suben hacia arriba, aumentando de este modo la eficacia de la torre de destilación. Un flujo de reflujo más fuerte mejora la separación en la columna del alcohol y el agua que hierven a temperaturas más altas del dialquileter que hierve a temperaturas más bajas. El equilibrio entre el calentamiento producido por el calderín en la parte inferior de la columna y el enfriamiento producido por el reflujo condensado en la parte superior de la columna mantiene un gradiente de temperatura a lo largo de toda la altura de la columna para proporcionar buenas condiciones para la deshidratación del componente alcohólico.
- 35

Para mejorar y controlar el rendimiento de la separación en la columna de destilación, se pueden usar la cantidad de reflujo en el condensador y el caudal de vapor en el calderín. Se pueden escoger la cantidad de reflujo en el condensador y el caudal de vapor en el calderín de tal forma que se combine una alta tasa de conversión con purzas altas del destilado y el agua. El caudal de vapor se define como el flujo de vapor generado por el calderín durante el período de flujo de vapor. Por ejemplo, para una cantidad de suministro de 0,15 kmol por ciclo, el reflujo puede ser al menos 3,5 kmol por ciclo, o al menos 4 kmol por ciclo o al menos 4,3 kmol por ciclo y el caudal de vapor puede ser por ejemplo al menos 1 kmol/min, o al menos 1,5 kmol/min o al menos 2 kmol/min durante un período de 0,5 a 2 min.

- 45 Para obtener un producto de la pureza deseada, la cantidad de reflujo y el caudal de vapor se deberían equilibrar con otros parámetros del proceso, entre los que se incluyen la presión, la temperatura y el número de etapas necesarias de reacción, de extracción y de rectificación.

La columna de destilación puede comprender, por ejemplo:

- al menos 2, por ejemplo, como máximo 5, por ejemplo 3 o 4 etapas de rectificación;
- 50 - al menos 5, por ejemplo, como máximo 9, por ejemplo 7 u 8 etapas de reacción;
- al menos 4, por ejemplo, como máximo 9, por ejemplo 6 o 7 etapas de extracción.

- Un ejemplo concreto podría ser por ejemplo, tener 3 etapas de rectificación, 8 etapas de reacción con aproximadamente 10 kg por etapa de catalizador, tal como Amberlyst® 35, y 6 etapas de extracción. Tal columna se podría alimentar por ejemplo con aproximadamente 0,15 kmol/ciclo de metanol, con una duración de ciclo de 0,2 minutos y se podría hacerla funcionar a aproximadamente 10 bar y:
- 55

- una temperatura de 395 K – 405 K en la parte superior de la columna y de 450 – 455 K en el fondo de la columna, si el destilado contiene una alta concentración de dimetiléter y el producto del fondo es esencialmente agua pura (pureza molar superior a 99,9 %);
- 5 - o una temperatura de 315 K – 320 K en la parte superior de la columna y de 435 K – 455 K en la parte inferior de la columna, si el destilado es esencialmente dimetiléter puro (pureza molar superior a 99,9 %) y el producto del fondo contiene una mezcla de agua y metanol;
- una temperatura de 315 K – 320 K en la parte superior de la columna y de 450 K – 455 K en la parte inferior de la columna, si el destilado es esencialmente dimetiléter puro (pureza molar superior a 99,9 %) y el producto del fondo es esencialmente agua pura (pureza molar superior a 99,9 %).

10 La cantidad de reflujo y el caudal de vapor se pueden controlar, por ejemplo mediante un sistema de control automatizado, para mantener una temperatura baja en la parte superior de la columna (por ejemplo, 395 K – 405 K en la bandeja superior de la sección de rectificación) y una temperatura más alta en el fondo de la columna (por ejemplo, 450 K – 455 K en la última bandeja de la sección de extracción). Se ha encontrado que, en tal caso, con una cantidad de reflujo de aproximadamente 3,8 – 4,7 kmol por ciclo, un caudal de vapor de 1,5 kmol/min y un período de flujo de vapor de 1 minuto, se puede descargar del calderín esencialmente agua pura (de pureza superior a 99,9 %), que no necesita purificación adicional. El contenido de alquiléter del destilado descargado del condensador puede ser mayor de 80 % molar. Si se desea, el destilado se puede purificar adicionalmente en la siguiente columna de destilación.

20 Otro ejemplo concreto podría tener por ejemplo 3 etapas de rectificación, 8 etapas de reacción con 10 kg por etapa de catalizador Amberlyst® 35 y 6 etapas de extracción. La columna podría alimentarse con 0,15 kmol/ciclo de metanol y podría hacerse funcionar a alrededor de 10 bar. La cantidad de reflujo y el caudal de vapor se controlarían, por ejemplo, mediante un control automatizado, para mantener una temperatura baja en la parte superior de la columna (por ejemplo, 315 K – 320 K en la bandeja superior de la sección de rectificación) y una temperatura alta en el fondo de la columna (por ejemplo, 435 K – 445 K en la última bandeja de la sección de extracción). Se ha encontrado que, en tal caso, con una cantidad de reflujo de aproximadamente 3,8 – 4,7 kmol por ciclo, un caudal de vapor de 1,5 kmol/min y un período de flujo de vapor de 1 minuto, se puede descargar del condensador alquiléter esencialmente puro (de pureza superior a 99,9 %), que no necesita purificación adicional. El contenido de agua del producto descargado del calderín puede ser mayor de 50 % molar. Si se desea, el producto de la parte inferior de la columna se puede purificar adicionalmente en la siguiente columna de destilación.

30 Esta columna de destilación cíclica concreta puede también configurarse para la conversión total de la corriente de metanol estableciendo valores tales de la cantidad de reflujo y del caudal de vapor de forma que se obtengan cantidades iguales de dialquiléter y agua durante cada ciclo con una temperatura de 315 – 320 K en la bandeja superior de la sección de rectificación y una temperatura de 450 – 455 K en la bandeja inferior de la sección de extracción. La cantidad de reflujo podría ser por ejemplo de 4,75 kmol/ciclo, mientras que el caudal de vapor podría ser de 1,5 kmol/min.

40 Materiales catalíticos adecuados pueden ser catalizadores homogéneos o heterogéneos, por ejemplo, catalizadores ácidos sólidos, como la  $\gamma$ -alúmina (opcionalmente, modificada), H-ZSM-5, zeolitas o resinas de intercambio de iones, como la resina de intercambio de ion ácido sulfónico macroporosa por ejemplo disponible con las denominaciones Amberlyst® o Nafion®. Los catalizadores pueden ser por ejemplo granulados o en forma de partículas o se pueden usar en los denominados “Texas Teabags” o bolsitas, como el empaquetado sólido Katapak-S® de Sulzer Chemtech.

El procedimiento de la invención es particularmente adecuado para la producción de dimetiléter por deshidratación del metanol.

45 Se ha encontrado que el proceso está gobernado por los siguientes grupos de variables de proceso:  $V \cdot t_{\text{vap}}/F$  y  $t_{\text{vap}} \cdot m_{\text{cat}}/F$ , donde  $V$ ,  $t_{\text{vap}}$ ,  $F$  y  $m_{\text{cat}}$  son, respectivamente, el caudal de vapor (en kmol/min), la duración del período de flujo de vapor (en minutos/ciclo), la cantidad alimentada (kmol/ciclo) y la cantidad de catalizador de cada bandeja (kg). Cuando se usan los catalizadores descritos en S. Hosseninejad, A. Afacan, R.E. Hayes, “Catalytic and kinetic study of methanol dehydration to dimethyl ether” (Estudio catalítico y cinético de la deshidratación de metanol a dimetiléter), *Chem. Eng. Res. Des.* 90 (2012), páginas 825 – 833, los valores adecuados para estas cantidades son:  $V \cdot t_{\text{vap}}/F = 10$  kmol/kmol y  $t_{\text{vap}} \cdot m_{\text{cat}}/F = 66,6$  min kg/kmol. Los valores concretos de las variables individuales  $V$ ,  $t_{\text{vap}}$ ,  $F$  y  $m_{\text{cat}}$  se pueden escoger de tal forma que se satisfagan las restricciones o condiciones hidrodinámicas. Por ejemplo,  $V = 7,5$  kmol/min,  $t_{\text{vap}} = 0,2$  min,  $F = 0,15$  kmol/ciclo y  $m_{\text{cat}} = 50$  kg.

55 La presente solicitud atañe también a una instalación para la producción de dialquiléter en la que se alimenta un alcohol que tiene de 1 a 3 átomos de carbono a una columna de destilación que comprende un calderín (5) en el fondo, un condensador (4) en la parte superior, una entrada de alimentación a la columna (11) a un nivel situado entre el calderín y el condensador, y un apilamiento de etapas (6) en el interior de la columna, incluyendo etapas (8) que llevan un lecho de material catalítico, de modo que las etapas comprenden compuertas (19) que se mueven simultáneamente entre una posición de flujo de vapor, que permite que el vapor fluya hacia arriba a través de los

lechos catalíticos y una posición de flujo de líquido, que permite que el fluido fluya desde una etapa superior a una etapa inferior.

La invención se explicará adicionalmente haciendo referencia a los dibujos anexos.

Figura 1: muestra esquemáticamente una instalación para la conversión de metanol a dimetiléter;

5 Figura 2: muestra una instalación alternativa para la conversión de metanol a dimetiléter;

Figura 3: muestra otra instalación alternativa para la conversión de metanol a dimetiléter;

Figura 4: muestra el interior de la columna de destilación reactiva de la instalación de la figura 1, figura 2 o figura 3 en tres estadios del ciclo diferentes.

10 La figura 1 muestra una instalación 1 que comprende una columna de destilación cíclica catalítica 2 y una segunda columna de destilación 3. La columna de destilación cíclica catalítica 2 comprende una parte superior en la que se proporciona un condensador 4 y una parte inferior con un calderín 5. El interior de la columna de destilación cíclica catalítica 2 comprende un apilamiento de etapas 6. En la parte superior, las etapas 6 incluyen etapas de rectificación 7 para separar el metanol del vapor de dimetiléter. En la parte del medio, las etapas incluyen etapas de reacción 8 (solo se muestra una en el dibujo) que comprenden material catalítico 9, por ejemplo 5 – 20 kg, por ejemplo 8 – 12 kg, aproximadamente 10 kg de material catalítico 9 por etapa reactiva 8. En el fondo, la columna incluye etapas de extracción 10. Si bien la figura 1 muestra solo un número limitado de etapas, el número real de etapas será algo mayor. En la realización mostrada, la columna 2 puede por ejemplo tener tres etapas de rectificación 7, ocho etapas de reacción 8 y seis etapas de extracción 10.

20 La columna 2 comprende una válvula de alimentación 11 al nivel de las etapas de reacción 8. A través de la válvula de alimentación 11 se introduce en la columna metanol en fase líquida. El metanol pasa a través del material catalítico 9 de las etapas de reacción 8 y se deshidrata para formar una mezcla de dimetiléter y agua. La mezcla líquida de agua con metanol sin reaccionar fluye hacia abajo hacia las etapas de extracción 10, donde el metanol se extrae del agua mediante vapor que sube del calderín y se devuelve con el flujo de vapor ascendente. La mezcla en estado de vapor de dimetiléter con metanol sin reaccionar fluye hacia arriba, pasando por las etapas de rectificación 7 en las que las condiciones de temperatura son tales que se separa el metanol líquido parcialmente del vapor de dimetiléter. Si se usa un condensador parcial, el destilado será un destilado vapor. Si se usa un condensador total, el destilado será líquido. El destilado en estado de vapor o líquido tiene un contenido de metanol bajo y se descarga. El reflujo del líquido condensado se devuelve a las etapas de rectificación 7 en la columna 2. En la realización de la figura 1 el reflujo es metanol o una mezcla de dimetiléter con metanol.

30 Como se muestra con más detalle en las figuras 4 A – C, las etapas 6 de la columna de destilación catalítica cíclica 2 son bandejas que comprenden un piso de bandeja superior 15 y un piso de bandeja inferior 16 con aberturas alineadas verticalmente 17, 18 que se pueden cerrar de manera selectiva mediante compuertas 19. Las aberturas 17 en el piso de bandeja superior 15 comprenden un collarín que se extiende en sentido descendente con orificios. Las compuertas 19 se puede mover simultáneamente entre una posición de flujo de vapor (véanse las figuras 4A y 4C), que permite que el vapor fluya hacia arriba a través de las etapas, y una posición de flujo de líquido (véase figura 4B), que permite que el líquido fluya hacia abajo desde una etapa superior 6 a una etapa inferior 6. Los orificios en el collarín 20 se dimensionan de tal modo que, cuando las compuertas están en la posición de flujo de vapor, entonces el vapor pasa a través de estos orificios. La presión ejercida por el flujo de vapor evita que el líquido fluya en sentido descendente a través de estos orificios.

40 Las compuertas 19 comprenden un émbolo con una brida horizontal superior 22, una brida horizontal inferior 23 y un eje 24 que conecta las dos bridas. En la figura 4A los émbolos 21 están representados movidos hacia la posición ascendente, cerrando los orificios de paso 17 del piso de bandeja superior 15 excepto los orificios del collarín 20, mientras que los orificios 18 en el piso de bandeja inferior 16 están abiertos. En esa posición de las compuertas 19 el vapor puede fluir en sentido ascendente desde una etapa inferior 6 por el espacio 25 entre los pisos de bandeja superior e inferior a través del collarín permeable 20 hacia la siguiente etapa superior. El líquido de la etapa 6 permanece estancado sobre el piso superior de bandeja 15. Este paso se denomina período de flujo de vapor. La duración del período de flujo de vapor es por ejemplo de aproximadamente 30 a 120 segundos.

50 Cuando los émbolos 21 se mueven hacia abajo, los orificios 17 del piso de bandeja superior 15 se abren, mientras que las aberturas 18 del piso de bandeja inferior 16 se cierran con las bridas inferiores 23 de los émbolos 21. El líquido fluye hacia abajo por gravedad desde el piso de bandeja superior 15 hasta el piso de bandeja inferior 16, mientras que se detiene el flujo de vapor. Este paso se denomina período de flujo de líquido. El período de flujo de líquido dura por ejemplo aproximadamente de 1 a 30 segundos. Se recoge el líquido en el espacio 25 situado entre los pisos de bandeja superior e inferior. Cuando los émbolos 21 se mueven de nuevo en sentido ascendente, el líquido fluye hacia abajo a una etapa inferior 6 (figura 4C). Como resultado de ello, el líquido y el vapor fluyen de forma discontinua en ciclos paso a paso.

55 En la realización de la figura 1, el dimetiléter descargado se alimenta a la columna de destilación no cíclica 3 para su posterior purificación y separación del alcohol. De forma alternativa, la segunda columna 3 puede ser también una

columna de destilación cíclica. Un condensador 26 en la parte superior de la segunda columna 3 descarga dimetiléter de la pureza deseada, mientras que un calderín 27 en el fondo de la segunda columna 3 separa metanol de alta pureza.

5 La figura 2 muestra un diseño alternativo de una instalación para la conversión de metanol en dimetiléter. La disposición es similar al de la figura 1, pero la cantidad de reflujo y el caudal de vapor se fijan de tal modo que las temperaturas dentro de la columna lleven a obtener dimetiléter de alta pureza en la parte superior y una mezcla de agua y metanol en el fondo. El reflujo desde el condensador está constituido principalmente por dimetiléter con cantidades traza de metanol. La mezcla de agua y metanol descargada desde el calderín se alimenta a una columna de destilación no cíclica 3 para su posterior purificación y separación del agua. De forma alternativa, la  
10 segunda columna 3 puede ser también una columna de destilación cíclica. Un condensador en la parte superior de la segunda columna 3 descarga metanol de la pureza deseada, mientras que un calderín en el fondo de la segunda columna 3 separa agua de alta pureza.

Para ambas instalaciones en las figuras 1 y 2 es posible reciclar el metanol de alta pureza recuperado de la columna 3 a la corriente de alimentación 11 de la columna de destilación cíclica 2.

15 La figura 3 muestra una tercera realización de una instalación para la producción de dimetiléter mediante deshidratación de metanol. En esta realización la columna de destilación cíclica 2 se configura y se hace funcionar para la conversión completa del metanol, lo que da como resultado un destilado de dimetiléter de alta pureza y una descarga de agua de alta pureza por el fondo. Esto se puede conseguir ajustando la cantidad de reflujo y el caudal de vapor, por ejemplo, mediante un control automático del proceso, por ejemplo, utilizando controladores PID  
20 convencionales. El reflujo del condensador es principalmente dimetiléter con cantidades traza de metanol.

### Ejemplos

Se calcularon los rendimientos de las instalaciones de las figuras 1, 2 y 3 para la conversión de metanol en dimetiléter utilizando Fortran. Las cinéticas de reacción se tomaron de la referencia S. Hosseninejad, A. Afacan, R.E. Hayes, "*Catalytic and kinetic study of methanol dehydration to dimethyl ether*" (Estudio catalítico y cinético de la deshidratación de metanol a dimetiléter), *Chemical Engineering Research and Design*, 90 (2012), 825-833, usando Amberlyst®-35 como catalizador. El equilibrio líquido vapor se calculó utilizando coeficientes de actividad derivados de los datos experimentales publicados en la referencia K. Ye, H. Freund, K. Sundmacher., "*Modelling (vapor + liquid) and (vapor + liquid + liquid) equilibria of [water (H<sub>2</sub>O) + methanol (MeOH) + dimethyl ether (DME) + carbón dioxide (CO<sub>2</sub>)] quaternary system using the Peng-Robinson EoS with Wong-Sandler mixing rule*" (Modelado de equilibrios (líquido + vapor) y (vapor + líquido + líquido) del sistema cuaternario [agua (H<sub>2</sub>O) + metanol (MeOH) + dimetiléter (DME) + dióxido de carbono (CO<sub>2</sub>)] utilizando la ecuación de estado de Peng-Robinson con la regla de mezcla Wong-Sandler), *Journal of Chemical Thermodynamics*, 43 (2011), 2002 – 2014.  
25  
30

Los datos de entrada y los parámetros de rendimiento calculados se dan en la tabla 1. En la tabla 1, el parámetro "tvap" indica la duración del período de flujo de vapor, "xDME" es el contenido o grado de pureza de dimetiléter en el destilado, mientras que "xAgua" representa el contenido de agua en la descarga del calderín, denominado "fondo".  
35

El diseño de la figura 2 producía dimetiléter de un alto grado de pureza, por encima de 99 % molar, mientras que el diseño de la figura 1 producía agua de un grado de pureza muy alto, superior al 99,9 % molar. El diseño de la figura 3 produce tanto dimetiléter de un grado de pureza muy alto, por encima de 99 % molar como agua de un grado de pureza muy alto, superior a 99,9 % molar.  
40

Tabla 1

	Figura 2 (DME puro)	Figura 1 (agua pura)	Figura 3 (DME y agua puros)
Diseño de la columna			
Etapas de rectificación	3	3	3
Etapas de reacción	8	8	8
Etapas de extracción	6	6	6
Etapas de alimentación	7	7	7
Catalizador (kg/etapa)	10	10	10
Condiciones de funcionamiento			
Presión (bar)	10	10	10
Corriente de alimentación (kmol/ciclo)	0,15	0,15	0,15
Caudal de vapor (calderín) (kmol/min)	1,5	1,5	1,5
t <sub>vap</sub> (min)	1	1	1
Cantidad de reflujo (kmol/ciclo)	4,3106	4,3106	4,8
Temperatura en la sección de rectificación			
(etapa superior de la sección)	317,6 K	396,1 K	317,6 K
Temperatura en la sección de extracción			
(fondo de la sección)	439,6 K	453,1 K	453,1 K
Rendimiento de la columna			
Conversión	0,895	0,943	0,996
Destilado (kmol/ciclo)	0,0675	0,079	0,0751
x <sub>DME</sub> en el destilado	0,9945	0,8942	0,994
Producto del fondo (kmol/ciclo)	0,0825	0,071	0,0749
x <sub>Agua</sub> en el fondo	0,8092	0,9995	0,996

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para la producción de dialquiléter en el que se alimenta un alcohol que tiene de 1 a 3 átomos de carbono a una columna de destilación (2) que comprende un calderín (5) en su parte inferior, un condensador (4) en su extremo superior, una válvula de entrada del flujo de alimentación (11) situada a un nivel entre el calderín y el condensador y un apilamiento de etapas (6) en el interior de la columna, incluyendo etapas (8) que llevan un lecho de material catalítico, de forma que las etapas comprenden compuertas (19) que se mueven de manera simultánea entre una posición de flujo de vapor que permite al vapor fluir en sentido vertical ascendente a través de los lechos catalíticos durante el período de flujo de vapor y una posición de flujo de líquido, que permite al fluido fluir desde una etapa superior a una etapa inferior durante un período de flujo de líquido.
- 5
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el cual al menos algunas de las etapas (6) comprenden una bandeja con un piso de bandeja superior (15) y un piso de bandeja inferior (16), con orificios alineados (17) y en el que al menos algunas de las compuertas comprenden un émbolo (21) que cierra de manera selectiva el orificio en el piso de bandeja superior o el orificio en el piso de bandeja inferior.
- 15 3. Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, en el que las etapas (6) incluyen varias etapas de rectificación (7) cerca del extremo superior de la columna, varias etapas de extracción (10) cerca del fondo y varias etapas de reacción (8) entre las etapas de rectificación por un lado y las etapas de extracción por otro lado, siendo las etapas de reacción bandejas que portan un lecho de material catalítico.
- 20 4. Procedimiento según la reivindicación 3, en el que el alcohol se alimenta a la columna (2) al nivel de las etapas de reacción.
5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que las corrientes de salida del calderín (5) y/o del condensador (4) se alimentan a una segunda columna de destilación (3).
6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, que emplea una columna de destilación cíclica (2) configurada para la conversión completa de la corriente de alimentación de metanol.
- 25 7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que el alcohol es o comprende metanol y en el que el dialquiléter es o comprende dimetiléter.
- 30 8. Instalación para la producción de un dialquiléter que comprende una columna de destilación que comprende un calderín (5) en su parte inferior, un condensador (4) en su extremo superior, una válvula de entrada del flujo de alimentación (11) situada a un nivel entre el calderín y el condensador y un apilamiento de etapas (6) en el interior de la columna, incluyendo etapas (8) que llevan un lecho de material catalítico, de forma que las etapas comprenden compuertas (19) que se mueven de forma simultánea entre una posición de flujo de vapor que permite al vapor fluir en sentido vertical ascendente a través de los lechos catalíticos y una posición de flujo de líquido, que permite al fluido fluir desde una etapa superior a una etapa inferior.

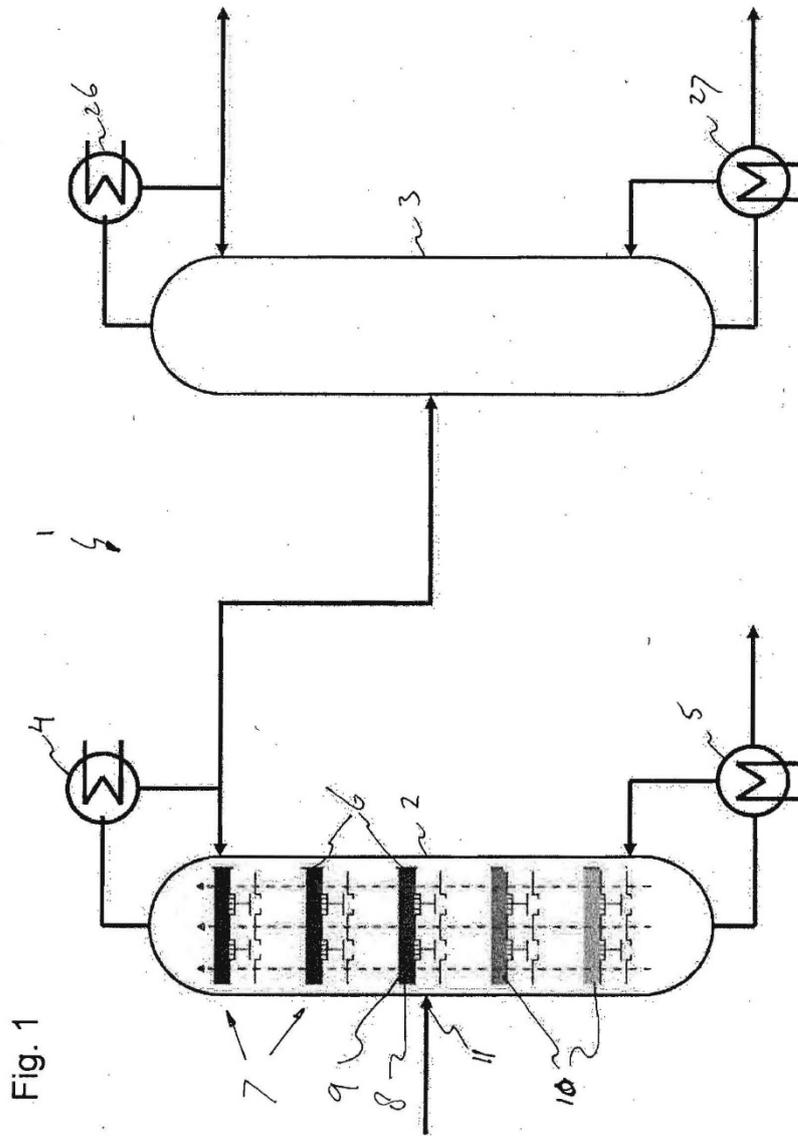


Fig. 1

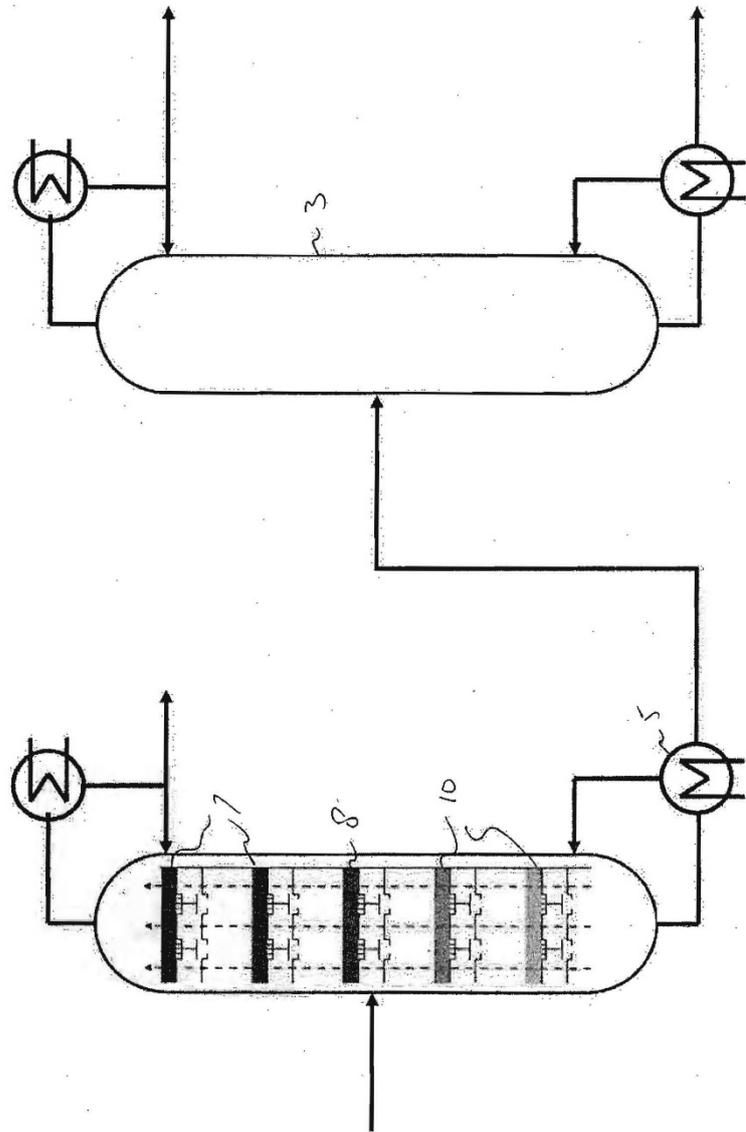


Fig. 2

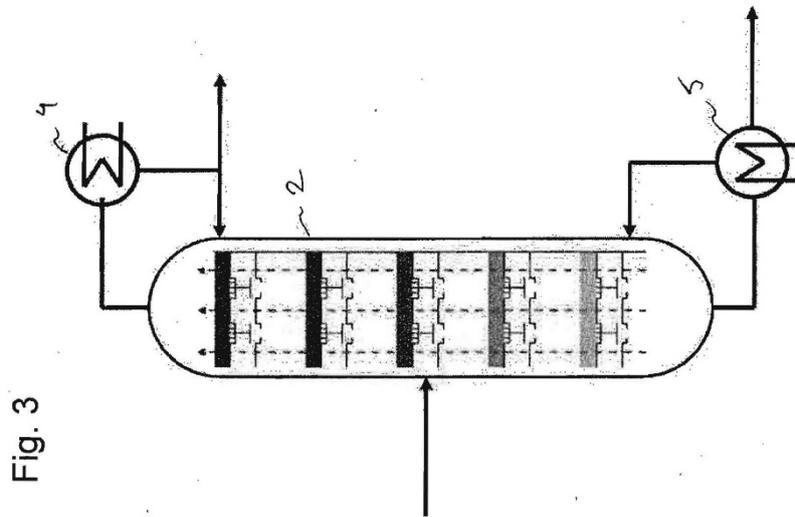


Fig. 3

Fig. 4A

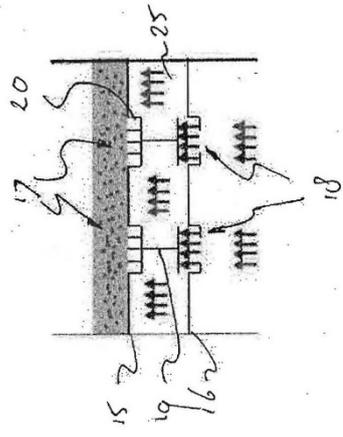


Fig. 4B

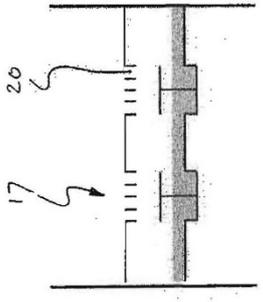


Fig. 4C

