

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 759 230**

51 Int. Cl.:

C07D 301/32 (2006.01)

B01D 3/32 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.12.2014 PCT/EP2014/076557**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.06.2015 WO15082605**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.12.2014 E 14811808 (6)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.09.2019 EP 3077381**

54 Título: **Mejoras relacionadas con la purificación de óxido de propileno**

30 Prioridad:

06.12.2013 EP 13196095

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

08.05.2020

73 Titular/es:

**SHELL INTERNATIONALE RESEARCH
MAATSCHAPPIJ B.V. (100.0%)
Carel Van Bylandtlaan 30
2596 HR The Hague, NL**

72 Inventor/es:

**DERKING, ANKE;
KAANDORP, JOZEF JACOBUS;
VAN MOURIK, ARIAN;
VOETTER, MANFRED HEINZ y
ZHAO, YING**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

Observaciones:

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 759 230 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

Mejoras relacionadas con la purificación de óxido de propileno

Campo de la invención

5 Esta invención se refiere a la purificación de óxido de propileno (PO). En particular, aunque no exclusivamente, esta invención se refiere a métodos y sistemas eficientes energéticamente para dicha purificación.

Antecedentes de la invención

El PO es un componente esencial para una variedad de sustancias químicas y productos. La producción mundial de PO supera los siete millones de toneladas por año.

10 La oxidación directa de propileno con aire u oxígeno para formar PO tiende a proporcionar bajos rendimientos. Por lo tanto, el PO se produce más comúnmente con la ayuda de un mediador químico.

15 Un proceso conocido comprende poner en contacto un hidroperóxido orgánico y propileno con un catalizador de epoxidación heterogéneo y extraer una corriente de producto que comprende PO y un alcohol. Un hidroperóxido orgánico específico que se puede utilizar en este proceso de epoxidación es el hidroperóxido de etilbenceno (EBHP), en cuyo caso el alcohol obtenido es 1-feniletanol. El 1-feniletanol puede convertirse en estireno por deshidratación. El EBHP se puede hacer por reacción de etilbenceno con oxígeno.

Otro proceso conocido para producir PO es la coproducción de PO y metil terc-butil éter (MTBE). Este proceso implica etapas de reacción similares al proceso de producción de estireno/PO descrito anteriormente. En la etapa de epoxidación, el hidroperóxido de tert-butilo se hace reaccionar con propileno formando PO y tert-butanol. El tert-butanol se eterifica posteriormente a MTBE.

20 Otro proceso adicional conocido comprende la fabricación de PO con la ayuda de cumeno. En este proceso, el cumeno se hace reaccionar con oxígeno o aire para formar hidroperóxido de cumeno. El hidroperóxido de cumeno así obtenido se hace reaccionar con propileno en presencia de un catalizador de epoxidación para producir PO y alcohol de cumilo. Este último se puede convertir en cumeno con la ayuda de un catalizador heterogéneo e hidrógeno.

25 Tras los avances recientes, también se sabe que se produce PO a partir de propileno con la ayuda de peróxido de hidrógeno como mediador.

Independientemente del proceso de epoxidación particular empleado, el producto PO generalmente requiere purificación para eliminar subproductos e impurezas. De hecho, para la mayoría de las aplicaciones, es importante reducir las impurezas en el PO a un nivel muy bajo.

30 Algunos subproductos de los procesos de epoxidación pueden separarse fácilmente por destilación. Sin embargo, los procesos de epoxidación también tienden a formar subproductos e impurezas que son más difíciles de separar. Tomando la epoxidación con un hidroperóxido orgánico como ejemplo, el hidroperóxido orgánico se reduce predominantemente al alcohol correspondiente, que tiende a ser fácil de separar. Sin embargo, también se producen pequeñas cantidades de otros compuestos que contienen oxígeno, como metanol, acetona, acetaldehído, propionaldehído y similares, así como hidrocarburos, que son difíciles de separar y a menudo permanecen como impurezas en el producto PO incluso después de la destilación convencional. Se cree que las impurezas de hidrocarburos asociadas con PO son derivados de propileno que tienen de 4 a 7 átomos de carbono por molécula, especialmente derivados que tienen 6 átomos de carbono por molécula. Los compuestos C₆ incluyen principalmente metil pentenos y metil pentanos. Otros procesos de epoxidación también conducen a la formación de impurezas igualmente difíciles de separar de la misma o similar estructura.

40 La separación de impurezas típicas en el PO tiende a requerir múltiples etapas de destilación. Además, la purificación final (o de acabado) a altos niveles de pureza por destilación típicamente requiere una columna de tamaño muy sustancial, particularmente donde la volatilidad relativa de las impurezas en comparación con el PO es baja.

45 Se sabe que emplea técnicas de destilación extractiva para ayudar a separar impurezas con una baja volatilidad relativa. Por ejemplo, el documento US-A-3909366 describe la purificación de óxido de propileno por destilación extractiva en presencia de un hidrocarburo aromático que tiene de 6 a 12 átomos de carbono, tal como etilbenceno. También se ha sugerido una variedad de otros disolventes de destilación extractiva, que incluyen por ejemplo parafinas cíclicas (véase el documento US-A-3464897), glicoles inferiores (véase el documento US-A-3578568), agua (véase el documento US-A-4140588), t-butilo alcohol (véase el documento US-A-5006206) y heptano. Sin embargo, tales procesos aún requieren típicamente una columna de tamaño sustancial.

50 El documento US-A-5772854 se refiere al uso de los denominados rehervidores "emparejados", es decir, rehervidores conectados en serie, en la purificación de óxido de propileno. Específicamente, el documento US-A-5772854 proporciona un proceso para la purificación de una materia prima de óxido de propileno contaminada con agua, metanol y acetona en una columna de destilación extractiva en presencia de un agente de destilación extractiva de oxialquilenglicol en condiciones de destilación seleccionadas para promover la formación y el mantenimiento de un

tampón de acetona en la columna de destilación, en donde una fracción de destilación de mayor ebullición (más pesada) que contiene sustancialmente todos los oxialquilenglicoles, agua y acetona se extrae continuamente de la columna de destilación y dicha fracción de destilación de mayor ebullición (más pesada) se vaporiza parcialmente en un primer rehervidor; el líquido restante se vaporiza parcialmente en un segundo rehervidor y los vapores se reciclan a la columna de destilación extractiva.

El documento GB-A-1549743 se refiere a un método para controlar la entrada de calor a una sección de rehervidor de una columna de destilación con el fin de mejorar la eficiencia de separación para lograr el producto final deseado.

En GB-A-1549743, la "sección de rehervidor" se define en la página 1, líneas 62-64 para ser esa porción de la columna debajo de la bandeja más inferior. Por lo tanto, se apreciará que la denominada "sección de rehervidor" como se describe en el documento GB-A-1549743 es un compartimento inferior en la columna de destilación.

El proceso del documento GB-A-1549743 comprende extraer una corriente de fracciones de cola líquidas de la sección de rehervidor parcialmente dividida de la columna de destilación, introducir una primera porción de material de corriente de fracciones de cola líquidas en un primer rehervidor, introducir el material de corriente de fracciones de cola de fase mixta producido en dicho primer rehervidor al área sustancialmente libre de líquido de la sección del rehervidor, introducir el material de corriente de fracciones de cola de fase mixta producido en dicho segundo rehervidor en la misma área sustancialmente libre de líquido de la sección de rehervidor a medida el material de corriente de fracciones de cola de fase mixta se produce en dicho primer rehervidor.

Por lo tanto, en el proceso del documento GB-A-1549743, se apreciará que el material de la corriente de fracciones de cola líquidas se extrae de la sección debajo de la bandeja más inferior en la columna de destilación y las corrientes de fracciones de cola de fase mixta del primer y segundo rehervidor también se devuelve a la misma ubicación en la columna de destilación, es decir, debajo de la bandeja más inferior en la columna de destilación.

Esto se muestra claramente en la figura del documento GB-A-1549743, en donde el material de la corriente de fracciones de cola líquidas se extrae de la denominada sección de rehervidor a través del puerto de salida 25, y las corrientes de fracciones de cola de fase mixta del primer y segundo rehervidor se devuelven a través de los puertos de entrada 30 y 34 también en la sección de rehervidor. La bandeja más inferior en la Figura es 11.

La purificación de PO por destilación, y la producción de PO en su conjunto, son muy energéticamente intensivas, particularmente dado el tamaño sustancial de las columnas que se requieren. Es un objeto de la invención proporcionar métodos y sistemas para separar impurezas del PO que también permitan ahorros de energía.

Declaraciones de la invención

Ahora se ha descubierto que la presión de vapor de PO puede utilizarse para permitir el ahorro de energía durante la producción y purificación de PO.

Desde un primer aspecto, la invención reside en un método para separar impurezas del óxido de propileno impuro (PO) que comprende propionaldehído en una cantidad de al menos 250 ppm en peso y hasta 5000 ppm y derivados de propileno que tienen de 4 a 7 átomos de carbono por molécula en una cantidad de al menos 50 ppm en peso y hasta 1000 ppm, en donde el óxido de propileno impuro se destila por destilación extractiva con un disolvente de destilación extractiva que es un hidrocarburo aromático que tiene de 6 a 12 átomos de carbono, comprendiendo el método destilar el óxido de propileno impuro en una zona de destilación para proporcionar óxido de propileno destilado de pureza mejorada, en donde el calor se proporciona a la zona de destilación mediante un rehervidor de fracciones de cola y un rehervidor intermedio, el rehervidor intermedio proporciona calor a una temperatura más baja que el rehervidor de fracciones de cola.

Dado que el rehervidor intermedio proporciona calor a una temperatura más baja, se puede utilizar una gama más amplia de fuentes de calor en el rehervidor intermedio. En particular, el requisito de temperatura más baja permite el uso de fuentes de calor de baja calidad que a menudo están disponibles en el contexto de la producción y purificación de PO y que de otro modo podrían desperdiciarse.

En una realización, el calor proporcionado por el rehervidor intermedio proviene de una fuente de calor, por ejemplo, vapor de agua a baja presión (LP), que tiene una temperatura en el intervalo de 80 a 180 °C, en particular de 120 a 140 °C. El vapor de agua LP puede, por ejemplo, tener una presión en el intervalo de 0,1 MPa (1,0 bar abs) a 1 MPa (10 bar abs), tal como 0,12 MPa (1,2 bar abs) a 0,3 MPa (3 bar abs).

En una realización, el calor proporcionado por el rehervidor intermedio se toma directa o indirectamente de una corriente de proceso enfriada como parte de un proceso de producción de PO. Por ejemplo, el vapor agua LP puede ser vapor de agua instantáneo liberado de un condensado caliente. El condensado caliente puede, por ejemplo, ser un condensado formado durante un proceso de epoxidación para hacer PO, o durante la destilación de PO. Por lo tanto, el calor proporcionado por el rehervidor intermedio puede ser el vapor de agua instantáneo generado por el enfriamiento de una corriente de proceso como parte de un proceso de producción de PO. Un ejemplo de calor indirecto de una corriente de proceso es el calor de un sistema de bomba de calor.

Ventajosamente, el vapor de agua LP puede liberarse mediante una o más medidas de ahorro de energía durante la epoxidación o destilación. En general, es más fácil ahorrar vapor de agua LP que el vapor de agua de mayor calidad, tal como el vapor de agua de presión media (MP) y el de alta presión (HP). El vapor de agua MP puede, por ejemplo, tener una presión en el intervalo de 1 MPa (10 bar abs) a 2 MPa (20 bar abs). El vapor de agua HP puede, por ejemplo, tener una presión en el intervalo de 2 MPa (20 bar abs) a 10 MPa (100 bar abs). El método de la invención permite ventajosamente medidas de ahorro de energía al proporcionar un uso eficaz de dicho vapor de agua LP liberado.

La zona de destilación puede configurarse de cualquier manera adecuada para separar las impurezas del PO impuro, es decir, para purificar el PO. Para evitar la acumulación de impurezas en la zona de destilación, una o más corrientes enriquecidas en impurezas se eliminan típicamente de la zona de destilación. La(s) corriente(s) de impurezas eliminadas pueden comprender uno o más de: una corriente de impurezas de fracciones de cola, una corriente de impurezas de extracción lateral y una corriente de impurezas de fracciones de cabeza.

En una realización, el método comprende el reflujo de al menos parte de un vapor de fracción de cabeza que sale de la zona de destilación. Dependiendo del diseño de la zona de destilación y del nivel de impurezas a eliminar, la relación de reflujo puede estar, por ejemplo, en el intervalo de 1 a 5. Como se sabe en la técnica, el reflujo puede ayudar a mejorar la pureza de los productos de destilación. Sin embargo, en interés de la eficiencia energética, es deseable minimizar la cantidad de reflujo.

Se ha apreciado que, en la destilación de PO en particular, las temperaturas y presiones en la zona de destilación pueden ser consistentes tanto con niveles deseablemente altos de purificación como con un reflujo deseablemente bajo, al tiempo que facilita el ahorro de energía con la ayuda de un rehervidor intermedio.

En una realización, para lograr un equilibrio entre las bajas temperaturas de la zona de destilación y otras consideraciones del proceso, la presión en la zona de destilación se puede mantener en el intervalo de 0,1 MPa a 1 MPa (1 bar abs a 10 bar abs), preferiblemente en el intervalo de 0,15 Mpa a 0,5 MPa (1.5 bar abs a 5 bar abs), más preferiblemente en el intervalo de 0,2 MPa a 0,3 MPa (2 bar abs a 3 bar abs).

Las temperaturas en la zona de destilación se ven afectadas por la operación y la colocación del rehervidor de fracciones de cola y el rehervidor intermedio. En una realización, el rehervidor de fracciones de cola introduce calor a una región de fracciones de cola de la zona de destilación y el rehervidor intermedio introduce calor a una región superior de la zona de destilación. La región superior se puede tomar como cualquier parte de la zona de destilación por encima del nivel en el cual el calor es ingresado por el calentador de fracciones de cola. En consecuencia, la región fracciones de cola puede tomarse como el resto de la zona de destilación, es decir, la región en y por debajo del nivel en el que el rehervidor de fracciones de cola ingresa calor.

Ventajosamente, el perfil de temperatura de la zona de destilación puede facilitar el ahorro de energía. Las oportunidades de ahorro de energía resultantes de la provisión de calor tanto por el rehervidor de fracciones de cola como el rehervidor intermedio generalmente se mejoran cuando la zona de destilación está configurada de tal manera que: (i) la región superior comprende una pluralidad de bandejas que se ajustan a un perfil de temperatura relativamente plano; y (ii) hay una fuerte diferencia de temperatura entre la región de fracciones de cola y dicha pluralidad de bandejas en la región superior.

Una región superior con una pluralidad de bandejas que se ajustan a un perfil de temperatura relativamente plano presenta la oportunidad de proporcionar calor significativo a una temperatura relativamente constante. Debido a la presión de vapor y la pureza del PO en esta región de la zona, la temperatura relativamente constante puede ser tal que permita el uso de fuentes de calor de menor calidad. Por lo tanto, las temperaturas y presiones pueden controlarse para proporcionar un buen equilibrio entre la pureza del producto y las oportunidades de ahorro de energía.

En una realización, la región superior de la zona de destilación comprende una pluralidad de bandejas consecutivas que tienen temperaturas de bandeja que difieren en como máximo 40 °C, preferiblemente como máximo 30 °C, más preferiblemente como máximo 20 °C. Adecuadamente, dicha pluralidad de bandejas puede comprender al menos 10 bandejas teóricas, preferiblemente al menos 20 bandejas teóricas, más preferiblemente al menos 30 bandejas teóricas. En una realización, la temperatura de dicha pluralidad de bandejas está en el intervalo de 50 a 120 °C, preferiblemente en el intervalo de 55 a 100 °C, más preferiblemente en el intervalo de 60 a 90 °C. Ventajosamente, dicha pluralidad de bandejas puede ubicarse por encima de una entrada de calor del rehervidor intermedio.

Una fuerte diferencia de temperatura entre la región de la fracción de cola y las bandejas que se ajustan a un perfil de temperatura plano en la región superior puede ayudar a minimizar el intercambio de eficiencia inherente al suministro de calor tanto de un rehervidor intermedio como de un rehervidor de fracciones de cola. En particular, una fuerte diferencia de temperatura permite que el rehervidor intermedio se coloque más cerca del rehervidor de fracciones de cola, minimizando así la zona de destilación entre el rehervidor de fracciones de cola y el rehervidor intermedio, donde una porción reducida de la función del rehervidor tiene un impacto.

En una realización, al menos una bandeja de referencia de la región superior tiene una temperatura que es al menos 30 °C, preferiblemente al menos 50 °C, más preferiblemente al menos 70 °C más baja que la temperatura máxima de la bandeja de la región de las fracciones de cola. Preferiblemente, la bandeja de referencia puede ser la más inferior de una pluralidad de bandejas consecutivas de la región superior que tiene temperaturas de bandeja que difieren en

- como máximo 40 °C, preferiblemente como máximo 30 °C, más preferiblemente 20 °C, por ejemplo, como se define anteriormente. Preferiblemente, puede haber como máximo 30 bandejas teóricas entre la bandeja de referencia y la región de fracciones de cola, más preferiblemente como máximo 15 bandejas teóricas o como máximo 10 bandejas teóricas. En una realización, el número de bandejas teóricas entre la bandeja de referencia y la región de fracciones de cola es como máximo 40%, preferiblemente como máximo 20% o incluso como máximo 10% del número total de bandejas teóricas en la zona de destilación.
- El rehedidor intermedio puede proporcionar calor a cualquier parte de la región superior de la zona de destilación. Se prefiere la colocación baja en la región superior y/o debajo de una pluralidad de bandejas con un perfil de temperatura relativamente plano. Ventajosamente, el rehedidor intermedio puede proporcionar calor por debajo de una entrada impura de PO de la zona de destilación.
- En una realización, el método comprende extraer la mezcla de destilación desde la región superior de la zona de destilación al rehedidor intermedio, calentar la mezcla mediante intercambio de calor con una fuente o medio de calor, y devolver la mezcla a la zona de destilación, típicamente como vapor o combinación de vapor y líquido. La posición particular del rehedidor intermedio, es decir, su extracción (o despegue) y retorno, puede elegirse, por ejemplo, en función de las fuentes de calor disponibles y el perfil de temperatura particular deseado en la zona de destilación.
- Ventajosamente, el rehedidor intermedio puede introducir calor en la zona de destilación en una o más bandejas de la región superior que tienen una temperatura de bandeja que es al menos 30 °C, preferiblemente al menos 50 °C, más preferiblemente al menos 70 °C más baja que la temperatura máxima de la región de las fracciones de cola, es decir, por ejemplo, una bandeja de referencia como se definió anteriormente. En una realización, el rehedidor intermedio introduce ventajosamente calor a una temperatura por debajo o más inferior de una pluralidad de bandejas de la región superior que tienen temperaturas de bandeja que difieren en como máximo 40 °C, preferiblemente como máximo 30 °C, más preferiblemente como máximo 20 °C, por ejemplo, como se definió anteriormente.
- En una realización, el método comprende extraer la mezcla de destilación al rehedidor intermedio desde una bandeja de la zona de destilación que tiene una temperatura en el intervalo de 50 a 120 °C, preferiblemente en el intervalo de 55 a 100 °C, más preferiblemente en el intervalo de 60 a 90 °C, calentando la mezcla y devolviendo la mezcla a la zona de destilación.
- En una realización, el método comprende extraer la mezcla de destilación en el rehedidor intermedio desde la zona de destilación, calentar la mezcla y devolver la mezcla calentada a una bandeja de la zona de destilación que tiene una temperatura en el intervalo de 50 a 120 °C, preferiblemente en el intervalo de 55 a 100 °C, más preferiblemente en el intervalo de 60 a 90 °C.
- En una realización, la mezcla de destilación se extrae y se devuelve por encima de la misma bandeja de la zona de destilación.
- El rehedidor intermedio asume una parte de la función global del rehedidor para la zona de destilación y, por lo tanto, puede reducir la función del rehedidor de fracciones de cola. En una realización, se proporciona calor a la zona de destilación mediante una pluralidad de rehervidores intermedias, por ejemplo, al menos dos, o al menos tres rehervidores intermedios. En una realización, el(los) rehervidor(es) intermedio(s) puede(n) asumir al menos el 10%, preferiblemente al menos el 25%, más preferiblemente al menos el 50% de la función global del rehedidor. En una realización, el(los) rehervidor(es) intermedio(s) asume(n) como máximo el 80%, preferiblemente como máximo el 70% de la función del rehedidor.
- En una realización, el o cada rehervidor intermedio tiene una función de al menos 2 megavatios (MW), preferiblemente al menos 4 MW, más preferiblemente al menos 7 MW. En una realización, el o cada rehervidor intermedio tiene una función de como máximo 12 MW, tal como como máximo 10 MW.
- El rehedidor de fracciones de cola retiene la parte restante de la función global del rehedidor. En una realización, se proporciona calor a la zona de destilación mediante una pluralidad de rehervidores de fracciones de cola, por ejemplo, al menos dos, o al menos tres rehervidores de fracciones de cola. En una realización, el o cada rehervidor de fracciones de cola tiene una función en el intervalo de 4 MW a 15 MW, tal como en el intervalo de 5 a 10 MW.
- El PO se destila por destilación extractiva. En consecuencia, destilar PO impuro comprende destilar de forma extractiva el PO impuro con un disolvente de destilación extractiva. En una realización, el método comprende alimentar PO impuro en la zona de destilación, introducir una alimentación separada de disolvente de destilación extractiva en la zona a un nivel por encima de la alimentación de PO impuro, eliminar PO purificado como un destilado de la zona y eliminar el disolvente de destilación extractiva enriquecido en impurezas como fracciones de cola de la zona.
- Ventajosamente, la destilación extractiva puede mejorar las oportunidades de ahorro de energía al facilitar una fuerte diferencia de temperatura entre la región de fracciones de cola de la zona de destilación y las bandejas de la región superior que se ajustan a un perfil de temperatura relativamente plano. Cuando se usa un disolvente de destilación extractiva, se puede requerir una temperatura de fracciones de cola relativamente alta para hervir el disolvente, mejorando las oportunidades de ahorro de energía según la invención.

En una realización, el disolvente de destilación extractiva tiene un punto de ebullición de al menos 70 °C, por ejemplo, al menos 100 °C. El disolvente de destilación extractiva es un hidrocarburo aromático que tiene de 6 a 12 átomos de carbono. Incluso más preferiblemente, el disolvente de destilación extractiva es un alquilbenceno, en particular etilbenceno.

5 Los expertos en la técnica pueden determinar la velocidad de alimentación relativa del disolvente de destilación extractiva con respecto al PO impuro en función de la naturaleza particular de las alimentaciones y la configuración de la zona de destilación. En una realización, la relación de alimentación de disolvente a PO puede estar en el intervalo de 0,1 a 3, preferiblemente en el intervalo de 0,2 a 1.

10 El PO impuro puede obtenerse mediante cualquier proceso adecuado. En una realización, el PO impuro se obtiene por epoxidación de propileno en presencia de un mediador químico tal como un peróxido, por ejemplo, como se describe anteriormente. Preferiblemente, el PO se obtiene poniendo en contacto un peróxido, especialmente un hidroperóxido orgánico, y propileno con un catalizador de epoxidación heterogéneo. Una corriente de producto que comprende PO y un alcohol puede retirarse y opcionalmente someterse a al menos una destilación preliminar para recuperar el PO impuro como un destilado. Lo más preferiblemente, el hidroperóxido orgánico es hidroperóxido de etilbenceno. Los catalizadores de epoxidación heterogéneos adecuados son conocidos en la técnica. Preferiblemente, el catalizador de epoxidación puede comprender titanio en combinación química con una sílice sólida y/o silicato inorgánico. Un ejemplo de dicho catalizador y su uso en la epoxidación se describe en el documento EP0345856B1.

La entrada de PO impuro en la zona de destilación comprende una cantidad sustancial de PO. En una realización, el PO impuro comprende en el intervalo de 90 a 99,9% p/p de PO, preferiblemente al menos 95% p/p de PO.

20 En una realización, el PO impuro puede comprender del orden de 0,1 a 10% p/p de una o más impurezas, preferiblemente como máximo 5% p/p de una o más impurezas. Las impurezas pueden, por ejemplo, comprender o consistir en agua, uno o más alcoholes, aldehídos, cetonas o combinaciones de los mismos. En una realización, las impurezas comprenden o consisten en uno o más derivados de propionaldehído, acetaldehído, acetona, metanol y propileno que tienen de 4 a 7 átomos de carbono por molécula, especialmente derivados que tienen 5 o 6 átomos de carbono por molécula. Sin embargo, otras impurezas también pueden estar presentes.

El PO impuro comprende propionaldehído en una cantidad de al menos 250 ppm en peso, por ejemplo, al menos 800 ppm o al menos 1000 ppm. El PO impuro comprende propionaldehído en una cantidad de hasta 5000 ppm, por ejemplo, en una cantidad de hasta 3000 ppm.

30 El PO impuro comprende derivados de propileno que tienen de 4 a 7 átomos de carbono por molécula, especialmente derivados que tienen 5 o 6 átomos de carbono por molécula, en una cantidad de al menos 50 ppm en peso, por ejemplo, al menos 75 ppm. El PO impuro comprende tales derivados en una cantidad de hasta 1000 ppm, por ejemplo, hasta 200 ppm.

35 En una realización, el PO impuro comprende acetaldehído en una cantidad de al menos 0,1 ppm en peso, por ejemplo, al menos 3 ppm. En una realización, el PO impuro comprende acetaldehído en una cantidad de hasta 40 ppm, por ejemplo, hasta 20 ppm.

El PO destilado de pureza mejorada tiene una menor concentración de impurezas que el PO impuro y se obtiene típicamente como extracción lateral de la zona de destilación. En una realización, la cantidad de una o más impurezas en el PO destilado se reduce en al menos 20% p/p, preferiblemente en al menos 50% p/p, más preferiblemente en al menos 90% p/p.

40 En una realización, el PO destilado comprende al menos 99,5% p/p de PO, preferiblemente al menos 99,995% p/p de PO. En una realización, el PO destilado comprende menos de 0,5% p/p de impurezas, preferiblemente menos de 0,005% p/p de impurezas.

En una realización, el PO destilado comprende propionaldehído en una cantidad de menos de 200 ppm en peso, por ejemplo, menos de 100 ppm o menos de 50 ppm.

45 En una realización, el PO destilado comprende derivados de propileno que tienen de 4 a 7 átomos de carbono por molécula, especialmente derivados que tienen 5 o 6 átomos de carbono por molécula, en una cantidad de menos de 100 ppm en peso, por ejemplo, menos de 75 ppm o menos de 50 ppm.

En una realización, el PO destilado comprende acetaldehído en una cantidad de menos de 20 ppm en peso.

50 El método se lleva a cabo preferiblemente de manera continua, es decir, manteniendo la zona de destilación en un estado sustancialmente estable durante un período prolongado, por ejemplo, de al menos 12 horas. Los expertos en la técnica pueden determinar fácilmente más detalles del método, tales como, por ejemplo, las tasas de alimentación.

La zona de destilación puede en principio implementarse con, o definirse por, cualquier aparato o hardware adecuado.

Desde un segundo aspecto, la presente memoria descriptiva describe un sistema de destilación para separar impurezas de PO impuro, comprendiendo el sistema:

una estructura que define una zona de destilación que tiene una entrada para PO impuro, una salida de destilado para PO purificado y una o más salidas para corrientes enriquecidas en impurezas;

un calentador de fracciones de cola para proporcionar calor a la zona de destilación a una primera temperatura; y

5 un rehervidor intermedio para proporcionar calor a la zona de destilación a una segunda temperatura inferior a la primera temperatura.

Ventajosamente, el sistema de destilación puede disponerse para uso en cualquiera de los métodos descritos anteriormente.

10 La estructura que define la zona de destilación puede implementarse o disponerse usando componentes conocidos en la técnica de la destilación de PO, por ejemplo, paredes, entradas, salidas, conductos, bandejas y/o material de empaquetamiento. La estructura puede comprender una columna o una pluralidad de columnas.

En una realización, la zona de destilación comprende al menos 30 bandejas teóricas, preferiblemente al menos 40 bandejas teóricas. Adecuadamente, el número total de bandejas teóricas puede ser de hasta 100 bandejas, por ejemplo, hasta 80 bandejas.

15 En una realización, la zona de destilación comprende como máximo 30 bandejas teóricas entre una entrada de rehervidor de fracciones de cola y una entrada de rehervidor intermedia, más preferiblemente como máximo 15 bandejas teóricas o como máximo 10 bandejas teóricas. En una realización, el número de tales bandejas teóricas es inferior al 40% del número total de bandejas, preferiblemente menos del 20% o incluso el 10% del número total de bandejas.

20 En una realización, la zona de destilación comprende al menos 10 bandejas teóricas por encima de la entrada del rehervidor intermedio, preferiblemente al menos 20 bandejas teóricas.

En una realización, las bandejas teóricas se implementan mediante bandejas de columna y/o empaquetamiento aleatorio o estructurado.

25 En una realización, el rehervidor de fracciones de cola está dispuesto para suministrar calor a una región de fracciones decola de la zona de destilación, y el rehervidor intermedio está dispuesto para suministrar calor a una región superior de la zona de destilación. La región de fracciones de cola y la región superior pueden definirse como anteriormente. Por lo tanto, en otras palabras, el rehervidor intermedio se coloca por encima del rehervidor de fracciones de cola en tal disposición.

30 El rehervidor intermedio puede ser cualquier intercambiador de calor o calentador capaz de transferir calor desde una fuente de calor a la región superior de la zona de destilación. El rehervidor intermedio puede comprender o definir una primera ruta de flujo para extraer la mezcla líquida desde la región superior de la zona de destilación en el rehervidor, medios de calentamiento para intercambiar calor o calentar la mezcla líquida con la fuente de calor, y una segunda ruta de flujo para devolver el mezcla calentada a la zona de destilación. El rehervidor intermedio puede comprender una bomba para ayudar a la circulación, o puede depender de la circulación natural. Ventajosamente, el rehervidor intermedio puede ser del tipo termosifón. Sin embargo, el experto en la técnica conoce otros tipos de rehervidor.

35 El calentador de fracciones de cola puede ser cualquier intercambiador de calor o calentador capaz de transferir calor desde una fuente de calor a la región de fracciones de cola de la zona de destilación. El rehervidor de fracciones de cola puede comprender o definir una primera ruta de flujo para extraer la mezcla líquida desde la región de fracciones de cola de la zona de destilación al rehervidor, medios de calentamiento para intercambiar calor o calentar la mezcla líquida con la fuente de calor, y una segunda ruta de flujo para devolver el mezcla calentada a la zona de destilación.

40 El rehervidor de fracciones de cola puede comprender una bomba para ayudar a la circulación, o puede depender de la circulación natural. Ventajosamente, el rehervidor de fracciones de cola puede ser del tipo termosifón o tetera. Sin embargo, el experto en la técnica conoce otros tipos de rehervidor.

La zona de destilación puede definirse exclusivamente por la estructura, o por la estructura en combinación con uno o más de los rehervidores.

45 La una o más salidas para corrientes enriquecidas en impurezas pueden incluir, por ejemplo, una o más salidas de impurezas de fracciones de cola, una salida de impurezas de extracción lateral y una salida de impurezas de fracción de cabeza.

En una realización, el sistema puede comprender además un componente de reflujo para reciclar el producto de fracción de cabeza a la zona de destilación.

50 Para atender la destilación extractiva, la zona de destilación puede comprender una entrada para el disolvente de destilación extractiva situada por encima de la entrada para PO impuro, y una salida de fracciones de cola para el disolvente de destilación extractiva enriquecida en impurezas.

En una realización, el rehervidor de fracciones de cola del sistema toma la forma de un separador de fracciones de

cola que toma un flujo de fracciones de cola como alimentación desde una columna de destilación principal del sistema y devuelve el vapor de las fracciones de cabeza del separador a la columna de destilación principal. En esta realización, el rehervidor intermedio puede ser un rehervidor de fracciones de cola de la columna de destilación principal.

- 5 Desde un tercer aspecto, la invención reside en un método para producir óxido de propileno (PO), el método comprende poner en contacto un peróxido y propileno con un catalizador de epoxidación para obtener PO, por ejemplo, como se describe en cualquier lugar anterior, y separar las impurezas del PO mediante un método según el primer aspecto de la invención.

- 10 A lo largo de la descripción y las reivindicaciones de esta memoria descriptiva, las palabras "comprende" y "contiene" y variaciones de las palabras, por ejemplo "que comprende" y "comprende", significa "que incluye pero no se limita a", y no excluye otros restos, aditivos, componentes, enteros o etapas. Además, el singular abarca el plural a menos que el contexto requiera lo contrario: en particular, cuando se usa el artículo indefinido, la memoria descriptiva debe entenderse como que contempla la pluralidad y la singularidad, a menos que el contexto requiera lo contrario.

- 15 Los rasgos preferidos de cada aspecto de la invención pueden ser como se describen en relación con cualquiera de los otros aspectos. Otros rasgos de la invención serán evidentes a partir de la siguiente descripción específica de una realización. En términos generales, la invención se extiende a cualquier novedad, o cualquier combinación novedosa, de los rasgos descritos en esta memoria descriptiva (que incluye cualesquiera reivindicaciones y dibujos adjuntos). Por lo tanto, los rasgos, los números enteros, las características o los compuestos descritos junto con un aspecto, realización o ejemplo particular de la invención deben entenderse que son aplicables a cualquier otro aspecto, realización o ejemplo descrito en la presente memoria, a menos que sea incompatible con ellos. Además, a menos que se indique lo contrario, cualquier rasgo descrito en la presente memoria puede ser reemplazado por un rasgo alternativo que sirva para el mismo propósito o para un propósito similar.
- 20

Cuando se citan los límites superior e inferior para una propiedad, también puede implicar un intervalo de valores definidos por una combinación de cualquiera de los límites superiores con cualquiera de los límites inferiores.

25 Descripción específica

Para que la invención pueda entenderse más fácilmente, a continuación se hará referencia, a modo de ejemplo, a la Figura 1 adjunta que muestra una vista esquemática de una columna de destilación según una realización de la invención.

- 30 Con referencia a la Figura 1, un sistema de destilación 2 para separar las impurezas del PO impuro comprende una estructura de columna 4 de paredes e interiores que definen una zona de destilación 6, un rehervidor de fracciones de cola 8, un rehervidor intermedio 10 y un sistema de reflujo 12.

- 35 La estructura 4 del sistema 2 define una entrada de PO impura 14 y una entrada de disolvente de destilación extractiva 16 en la zona de destilación 6, y una salida de PO purificado 18 desde la zona de destilación 6. También se definen las entradas 20, 22 y las salidas 24, 26 para el rehervidor de fracciones de cola 8 y el rehervidor intermedio 10, así como una salida superior 28 y una entrada de reflujo 30. Desde las fracciones de cola hasta la parte superior de la columna 2, la salida 24 hacia el rehervidor de fracciones de cola 8 es la más inferior, seguida por la entrada 20 desde el rehervidor de fracciones de cola 8, la salida y la entrada 26, 22 hacia y desde el rehervidor intermedio 10 que están en el mismo nivel, la entrada impura de PO 14, la entrada extractiva de disolvente 16, la salida de PO purificado 18, la entrada de reflujo 30 y la salida de fracciones de cabeza 28.

- 40 Se proporcionan bandejas de columna 32 entre las entradas y salidas para ayudar a la destilación en la zona de destilación 6. En particular, la estructura de columna 2 comprende once bandejas teóricas entre la entrada 20 desde el rehervidor de fracciones de cola y la salida y la entrada 26, 22 del rehervidor intermedio, nueve bandejas teóricas entre la salida y la entrada 26, 22 del rehervidor intermedio y la entrada de PO impuro 14, cuarenta y cinco bandejas teóricas entre la entrada de disolvente de destilación extractiva 16, seis bandejas teóricas entre la salida de PO purificado y la salida de fracciones de cabeza 28 y entrada de reflujo 30. Las bandejas teóricas se implementan en la práctica usando bandejas de columna convencionales, pero también se pueden ejecutar como empaquetamiento aleatorio o estructurado en otras realizaciones.
- 45

- 50 El rehervidor de fracciones de cola 8 es un rehervidor termosifón alimentado por una entrada de vapor de agua de temperatura relativamente alta 34, por ejemplo, vapor de agua HP o MP, con la extracción del condensado 36. Para proporcionar una salida de impurezas para la zona de destilación 6, el rehervidor de fracciones de cola 8 comprende una purga 40 para purgar los componentes líquidos, en particular el disolvente de destilación extractiva enriquecido en impurezas.

- 55 El rehervidor intermedio 10 es un rehervidor termosifón alimentado por una entrada de vapor de agua de temperatura más baja 38, por ejemplo, vapor de agua LP, con la extracción del condensado 36.

En funcionamiento, se suministran PO impuro y etilbenceno como disolventes de destilación extractiva a la zona de

destilación a través de sus entradas. El PO impuro comprende aproximadamente el 99,6% en peso de PO, aproximadamente 3500 ppm en peso de propionaldehído, aproximadamente 250 pm en peso de derivados de propileno que tienen de 4 a 7 átomos de carbono por molécula, y un equilibrio de otras impurezas.

5 El rehedvidor de fracciones de cola 8 introduce calor en una región de fracciones de cola 42 de la zona de destilación 6. El rehedvidor intermedio 10 introduce calor en una región superior restante 44 de la zona de destilación 6. El rehedvidor intermedio representa aproximadamente el 70% de la función global del rehedvidor. El resto de la función del rehedvidor lo asume el rehedvidor de fracciones de cola 8.

10 El calor proporcionado produce la destilación dentro de la zona de destilación. El PO destilado 18 de pureza mejorada, con la concentración de impurezas reducida en más del 95%, se retira de la zona de destilación, al igual que una purga de fracciones de cola 40 de etilbenceno enriquecido en impurezas. El sistema de reflujo 12 del rehedvidor, que incluye una salida de impureza líquida 48 y una ventilación 50, se controla en consecuencia.

15 La columna 2 se opera de tal manera que todas las bandejas consecutivas entre la entrada 22 desde el rehedvidor intermedio y la salida de PO purificado 18 se ajustan a un perfil de temperatura plano, es decir, tienen temperaturas de bandeja que se encuentran dentro de 20 °C. En particular, la temperatura de estas bandejas se mantiene en el intervalo de 50 °C a 70 °C para la presión operativa específica considerada. El rehedvidor intermedio 10 puede así funcionar con vapor de agua LP 38 que tiene una temperatura de aproximadamente 130 °C y una presión de aproximadamente 0,25 MPa (2,5 bar abs). Tal vapor de bajo grado 38 puede resultar de una o más medidas de ahorro de energía en otros lugares.

20 Por el contrario, la temperatura máxima de la región de fracciones de cola 42 es de aproximadamente 170 °C. Para proporcionar esta temperatura, el rehedvidor de fracciones de cola funciona con vapor de agua MP 34 que tiene una temperatura de aproximadamente 220 °C y una presión de aproximadamente 1,8 MPa (18 bar abs).

25 La capacidad de usar vapor de agua LP 34 en el rehedvidor intermedio 10 reduce la demanda general de vapor de agua HP para el rehedvidor 8 de fracciones de cola. Además, dado que el número de bandejas teóricas entre la entrada del rehedvidor de fracciones de cola 8 y la entrada del rehedvidor intermedio 10 es bajo, el efecto perjudicial del rehedvidor intermedio 10 que suministra algo de calor más arriba en la columna 2 se minimiza.

30 Los expertos en la técnica apreciarán que se podría hacer un gran número de modificaciones a la columna 2 sin apartarse de la invención. Por ejemplo, las alimentaciones, las bandejas y el diseño de la columna en su conjunto podrían variarse sin dejar de acomodar las fracciones de columna y los calentadores intermedios. En una realización, la columna se modifica para que sea una columna de destilación convencional que funciona sin disolvente de destilación extractiva para acomodar una alimentación de PO impura que requiera dicha configuración.

35 En otra realización, una columna existente, que tiene solo un rehedvidor de fracciones de cola, se extiende con un separador de fracciones de cola adicional con rehedvidor de fracciones de cola, que toma la función del rehedvidor de fracciones de cola original tomando el flujo de fracciones de cola original como alimentación y devolviendo su vapor superior en la columna original. La zona de destilación de la columna se extiende así hacia abajo. El rehedvidor de fracciones de cola original se convierte para usar calor de bajo nivel y actúa como rehedvidor intermedio en la nueva configuración.

REIVINDICACIONES

1. Un método para separar impurezas de óxido de propileno impuro que comprende propionaldehído en una cantidad de al menos 250 ppm en peso y hasta 5000 ppm y derivados de propileno que tienen de 4 a 7 átomos de carbono por molécula en una cantidad de al menos 50 ppm en peso y hasta 1000 ppm, en donde el óxido de propileno impuro se destila por destilación extractiva con un disolvente de destilación extractiva que es un hidrocarburo aromático que tiene de 6 a 12 átomos de carbono, comprendiendo el método destilar el óxido de propileno impuro en una zona de destilación para proporcionar óxido de propileno destilado de pureza mejorada, en donde el calor es proporcionado a la zona de destilación por un rehervidor de fracciones de cola y por un rehervidor intermedio, proporcionando el rehervidor intermedio calor a una temperatura más baja que el rehervidor de fracciones de cola.
- 5 2. El método de la reivindicación 1, en donde el calor proporcionado por el rehervidor intermedio es de una fuente de calor que tiene una temperatura en el intervalo de 80 °C a 180 °C.
3. El método de la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde el calor proporcionado por el rehervidor intermedio se toma directa o indirectamente de una corriente de proceso enfriada como parte de un proceso de producción de óxido de propileno.
- 15 4. El método de la reivindicación 3, en donde el calor proporcionado por el rehervidor intermedio proviene del vapor de agua instantáneo generado por el enfriamiento de una corriente de proceso como parte de un proceso de producción de óxido de propileno.
- 20 5. El método de cualquier reivindicación precedente, en donde el rehervidor de fracciones de cola ingresa calor a una región de fracciones de cola de la zona de destilación y el rehervidor intermedio ingresa calor a una región superior de la zona de destilación.
6. El método de la reivindicación 5, en donde la región superior de la zona de destilación comprende una pluralidad de al menos 10 bandejas teóricas consecutivas que tienen temperaturas de bandeja que difieren en como máximo 40 °C.
7. El método de la reivindicación 6, en donde la temperatura de dicha pluralidad de bandejas está en el intervalo de 50 a 120 °C.
- 25 8. El método de una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 7, en donde el rehervidor intermedio introduce calor en una bandeja de referencia de la región superior que tiene una temperatura que es al menos 50 °C más baja que la temperatura máxima de la región de fracciones de cola, siendo la bandeja de referencia la más inferior de una pluralidad de al menos 10 bandejas teóricas consecutivas en la región superior, teniendo dicha pluralidad de bandejas temperaturas de bandeja que difieren en como máximo 40 °C.
- 30 9. El método de cualquier reivindicación precedente, en donde el rehervidor intermedio, o una combinación de rehervidores intermedios, asume al menos el 25% de la función global del rehervidor.
10. El método de cualquier reivindicación precedente, en donde el óxido de propileno destilado comprende al menos 99,5% p/p de óxido de propileno
- 35 11. Un método para producir óxido de propileno, comprendiendo el método: poner en contacto un peróxido y propileno con un catalizador de epoxidación para obtener óxido de propileno; y separar las impurezas del óxido de propileno mediante un método según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10.

Figura 1

