

407225

28



P.- 51.950

Int. Cl.:	K 2002 SPA RSPH/122
	C07D

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

A nombre de SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ
N.V.

entidad holandesa

establecida en Carel van Bylandtlaan 30, La Haya, Holan-
da

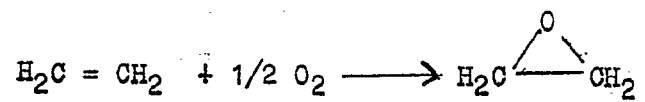
por: "PROCEDIMIENTO PARA CONCENTRAR Y PURIFICAR UNA SO-
LUCION ACUOSA DILUIDA DE OXIDO DE ETILENO"

(Clase Internacional C07d)

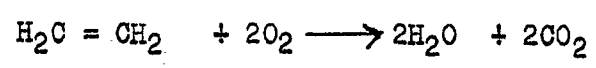
28 000

407225

La presente invención se refiere a un procedimiento mejorado para concentrar y purificar soluciones acuosas de óxido de etileno, concretamente soluciones tales como las que se obtienen primordialmente cuando el óxido de etileno se prepara por técnicas usuales basadas en la llamada oxidación directa de etileno con oxígeno molecular, según la ecuación



Es bien sabido que no se pueden evitar reacciones secundarias, estando representada la más importante de ellas por la ecuación siguiente:



Para suprimir conversiones indeseables lo más posible, las condiciones de reacción han de ser elegidas muy cuidadosamente. La mayor parte de la mezcla de reacción gaseosa ha de consistir en materia diluyente, siendo por tanto relativamente baja la proporción de los reaccionantes. Además, la conversión del etileno introducido en la zona de reacción no puede ser más que parcial. Por tanto, el etileno no convertido ha de ser recirculado para evitar pérdidas excesivas. Sin embargo, el aislamiento del etileno a recircular en estado más o menos puro es innecesario, y sería de

407225

29



masiado caro. Por tanto, es práctica común recircular la totalidad del efluente de la zona de reacción, tras haber pasado por una zona de absorción para disolver el óxido de etileno deseado. Además de los materiales de partida sin convertir, etileno y oxígeno, la corriente de recirculación contiene también gran cantidad de material diluyente, tal como tiene que estar en cualquier caso presente en la zona de reacción.

Los sistemas de recirculación usuales para la producción de óxido de etileno comprenden una zona de reacción que contiene un catalizador, y en la que se introduce una mezcla gaseosa de etileno, oxígeno y gases diluyentes. El efluente de esta zona de reacción atraviesa una zona de absorción para la recuperación de óxido de etileno, y el resto de la mezcla gaseosa es recirculado a la zona de reacción tras adición de gas que contiene etileno de nueva aportación y que contiene oxígeno de nueva aportación. Desde luego, en la práctica, las corrientes de alimentación que son introducidas en el sistema de recirculación nunca consisten en etileno enteramente puro y oxígeno enteramente puro. También hay impurezas presentes invariablemente. Además, puede ser ventajoso introducir deliberadamente en el sistema materiales no reaccionantes adicionales. Desde luego, el gas de recirculación con



407225

tendrá todos los tales componentes de las corrientes de alimentación, y también comprenderá adicionalmente una cierta proporción de subproductos formados dentro del propio sistema, en particular dióxido de carbono y agua. Por haber un suministro constante de cantidades de nueva aportación de mezclas de corriente de alimentación y de subproductos, la composición media del gas de recirculación solo puede permanecer constante en todo el sistema, y solo se puede evitar una acumulación de todos los tales componentes, si parte de la corriente gaseosa en cuestión no es recirculada, sino eliminada del sistema. Desde luego, para funcionamiento constante durante largo tiempo se requiere generalmente que el número de átomos-gramo de cada elemento que sea suministrado de una forma u otra al sistema, por unidad de tiempo, sea igual al número de átomos-gramo del mismo elemento que de una forma u otra sea eliminado del sistema por unidad de tiempo. Ahora bien, en la zona de absorción para recuperar óxido de etileno del efluente de la zona de reacción, los componentes distintos del óxido de etileno también son absorbidos, naturalmente, en cierto grado, y por tanto eliminados del sistema. Además, una cierta proporción de los diversos materiales es susceptible de salir del sistema de recirculación por fugas. Sin embargo, para

407225



evitar una acumulación de componentes diluyentes en la zona de reacción siempre es necesario en la práctica ramificar parte de la corriente de gas de recirculación y expulsarla del sistema. Puede ser adicionalmente deseable proporcionar una eliminación independiente del subproducto dióxido de carbono, como se mostrará más adelante.

En principio, las corrientes de alimentación que contienen oxígeno y que contienen etileno introducidas en el sistema de recirculación pueden ser cualesquiera mezclas gaseosas que además del oxígeno y etileno solo contengan materiales que sean inertes, en el sentido de que no tengan efecto adverso sobre el curso de la reacción, siendo permisible un efecto favorable. Sin embargo, en la práctica industrial, solo parece haberse usado realmente como gas de alimentación que contiene oxígeno, aire u oxígeno técnico con alto grado de pureza. En lo que respecta al gas de alimentación que contiene etileno, se ha hallado que es indeseable la presencia de acetileno, y hay una exposición en la bibliografía según la cual se ha de evitar una gran proporción de etano. En general, parece haber tendencia a usar etileno de alto grado de pureza.

Aparte de unas pocas excepciones secundarias, las instalaciones para preparación de óxido de etileno

407225

28



a partir de etileno mediante oxidación directa que es
tán actualmente en uso en todo el mundo han sido dise-
ñadas por solo tres compañías principales, concretamen-
te Union Carbide Corporation (UCC), Scientific Design
5 Company (SD) y el Royal Dutch/Shell Group (Shell); véa-
se Enciclopedia Kirk-Othmer, 2ª edición, volumen 8,
tabla 9, páginas 546 y 547; véase también un libro de
Marshall Sittig titulado "Combining Oxygen and Hydro-
carbons for Profit" (Combinación de oxígeno e hidrocar-
10 buros para obtener beneficios económicos), Gulf Publish-
ing Company, Houston (Texas), 1962, páginas 144-147.
Según estas publicaciones, solo Shell usa un procedi-
miento con oxígeno, usando las otras compañías procedi-
mientos con aire. Sin embargo, parece que en los últi-
15 mos pocos años SD ha cambiado de un procedimiento con
aire a un procedimiento con oxígeno.

Dicho libro de Marshall Sittig discute tam-
bién un procedimiento con aire (procedimiento Atlan-
tic-Vulcan) que parece haber estado en una etapa bas-
20 tante adelantada de desarrollo, y que ha sido sujeto
de una persistente campaña de publicidad, pero que nun-
ca ha sido usado a escala comercial. En este procedi-
miento se hacía uso de un lecho de catalizador fluidi-
zado, mientras que se han preferido en general los le-
25 chos de catalizador fijos. El material catalíticamente

407225



activo en los procedimientos industriales es invariablemente plata. En la actualidad se emplean generalmente catalizadores consistentes en partículas soporte con plata finamente dividida sobre las superficies exteriores, así como sobre las superficies interiores de poro.

En los procedimientos con aire se introducen en el sistema de recirculación aproximadamente 4 moléculas de nitrógeno por molécula de oxígeno, siendo despreciables desde el punto de vista práctico los componentes del aire distintos del nitrógeno y oxígeno. Las cantidades de materiales que son suministradas al sistema de recirculación junto con la corriente de alimentación que contiene etileno también son generalmente despreciables en los procedimientos con aire, de manera que prácticamente se puede considerar, por tanto, que el diluyente de la zona de reacción consiste exclusivamente en nitrógeno suministrado desde fuera del sistema y dióxido de carbono formado como subproducto dentro del sistema. Dado que se está introduciendo continuamente en el sistema una cantidad de nitrógeno muy grande, junto con el oxígeno requerido, naturalmente es necesario ramificar una corriente de purga bastante voluminosa, en compensación. Así se controla también en magnitud suficiente el contenido de

407225

28



dióxido de carbono, usualmente. Sin embargo, hay una cantidad no despreciable de etileno sin convertir contenida en esta corriente de purga, y para evitar que este etileno se pierda completamente es práctica común pasar dicha corriente de purga a través de una segunda zona de reacción, y subsiguientemente a través de una segunda zona de absorción, antes de que el material sea expulsado finalmente a la atmósfera. Por tal tratamiento aún se convierte en óxido de etileno lo más posible del etileno en cuestión.

Una gran ventaja de los procedimientos con oxígeno sobre los procedimientos con aire es que se introduce una cantidad mucho menor de material inerte en el sistema de recirculación junto con oxígeno, de manera que solo se ha de purgar del sistema de recirculación una corriente gaseosa relativamente pequeña para mantener constante la composición media de la corriente gaseosa en circulación en todo el sistema en el curso del tiempo. Por tanto, esta corriente de purga no necesita ser pasada por ningún reactor o absorbedor adicional, sino que puede ser considerada como producto de desecho sin más, siendo prácticamente despreciables las pérdidas consecuentes de etileno sin convertir, y también de oxígeno, que es ahora un material de partida más caro que en los procedimientos

407225

28 00



con aire. Sin embargo, por otra parte, una desventaja de los procedimientos con oxígeno es que, dado que el oxígeno concentrado requerido ha de ser recuperado del aire, se requiere para ese fin una inversión en equipo adicional, y también se incurre en costes extra durante el funcionamiento. Al contrario de lo que sucede normalmente en el caso de los procedimientos con aire, la corriente de purga, que ahora es en proporción mucho menor, es generalmente insuficiente para la eliminación adecuada del dióxido de carbono formado como subproducto dentro del sistema de recirculación, de manera que se necesita equipo adicional para mayor eliminación de dióxido de carbono. Usualmente, una parte de la corriente de recirculación es sometida a lavado con un líquido alcalino. Desde luego, podría prescindirse de este tratamiento si se deseara que el gas diluyente en la zona de reacción consistiese predominantemente en dióxido de carbono. Sin embargo, nunca ha sido este el caso en ninguna de las operaciones a gran escala, aunque ha sido descrito en la bibliografía.

Sea cual sea la composición de la mezcla de reacción, siempre se puede efectuar una absorción sustancialmente completa del óxido de etileno a partir del efluente gaseoso que sale de la zona de reac

407225



ción. Sin embargo, con este fin se ha de usar una cantidad relativamente grande de absorbente, de manera que se obtiene una solución de óxido de etileno bastante diluída. Naturalmente, esta solución ha de ser
5 elaborada luego para recuperar el óxido de etileno como tal, y/o para obtener un derivado de óxido de etileno, tal como, por ejemplo, etilenglicol y/o polímeros del mismo.

Se debe apreciar que aunque se desee obtener
10 óxido de etileno como producto principal es inevitable que parte del óxido de etileno originalmente formado reaccione con agua formando etilenglicol. Sin embargo, esto no es una pérdida completa, ya que existe un mercado para el etilenglicol y los polímeros del
15 mismo. La demanda es tal que incluso hay instalaciones comerciales en las que una gran proporción, o incluso todo el óxido de etileno producido, es convertido inmediatamente en etilenglicol monómero o polímero. Desde luego, es generalmente ventajoso que haya algo
20 de elasticidad en el esquema de producción, de manera que los rendimientos proporcionales de óxido de etileno y etilenglicol, respectivamente, puedan ser adaptados a los requisitos del mercado.

Además del etilenglicol monómero y polímero,
25 hay otros subproductos que se forman en el procedimiento

407225



to de oxidación, y que pueden no ser obtenidos siempre en condiciones y cantidades comercialmente útiles, de manera que pueden tener que ser considerados como materiales de desecho. Además del dióxido de carbono, también los aldehidos han de ser particularmente mencionados en relación con ello, especialmente el acetaldehido y el formaldehido. El primero es un isómero de óxido de etileno que se obtiene siempre, mientras que la formación de formaldehido tiene lugar principalmente cuando, debido a circunstancias que se presentan durante el funcionamiento, las condiciones de reacción resultan ser menos favorables.

El absorbente usado para recuperar óxido de etileno del efluente de reacción es generalmente agua, que es barata y además un buen disolvente del óxido de etileno. Sin embargo, en general, el agua usada no es pura, debido a que es más ventajoso usar una corriente de recirculación que contiene una pequeña cantidad de óxido de etileno y/o etilenglicol, y posiblemente también otros materiales disueltos. Si en algún sitio el procedimiento de elaboración produce soluciones acuosas con una concentración muy ligera de óxido de etileno, puede no ser ya provechoso aislar de ellas el óxido de etileno, pero la recirculación a la zona de absorción asegura que el óxido de etileno no se per

407225

28



derá enteramente. También puede ser ventajoso usar primero un líquido de absorción más o menos puro, para la absorción de óxido de etileno a partir de mezclas gaseosas con bajo contenido de óxido de etileno, que en alguna forma u otra pueden obtenerse en el curso de la totalidad del procedimiento de elaboración, y usar luego el absorbato resultante, que naturalmente es una solución muy diluída de óxido de etileno, como absorbente o parte del absorbente a poner en contacto con el efluente gaseoso de la zona de reacción.

Se apreciará que, además del óxido de etileno, también otros componentes del efluente del reactor son captados por el absorbente, incluyendo agua, que simplemente conduce a un aumento de volumen, dióxido de carbono, aldehidos, y también ciertas proporciones de componentes muy volátiles, incluyendo los materiales de partida, etileno y oxígeno, así como gases que forman parte de la materia diluyente, tales como, por ejemplo, nitrógeno, argon e hidrocarburos C_1 y C_2 saturados. Desde luego, la naturaleza y cantidades de tales componentes muy volátiles en el absorbato dependen de la composición de la mezcla de reacción, que puede variar, pero que está determinada principalmente por las composiciones de las corrientes de alimentación

407225



al sistema de recirculación.

Desde luego, un objeto del procedimiento de elaboración es eliminar mezclas indeseables. Sin embargo, algunas de las mezclas tienden a acumularse en corrientes acuosas que se obtienen de una forma u otra en el sistema de elaboración. Por tanto, generalmente es inadmisibles recircular tales corrientes en su totalidad. Han de ser parcialmente eliminadas y/o sometidas a un tratamiento para eliminar subproductos, de manera que se evite una acumulación cada vez en aumento de subproductos en el sistema de elaboración. Aunque no está siempre indicado en la bibliografía que se ramifi que en algún sitio una corriente de purga y/o que se aplique un tratamiento de purificación, es enteramente evidente que tales medidas son indispensables en la práctica real. Por tanto, aunque esté ausente cualquier referencia a ello, no se debe llegar apresuradamente a la conclusión de que no había intención de tomar tales medidas. En relación con ello se debe apreciar que, muy en general, los sistemas de elaboración para óxido de etileno solo están descritos en esquemas amplios, de manera que si las instalaciones en cuestión son realmente empleadas para la producción comercial de óxido de etileno, las versiones industriales son ciertamente mucho más complicadas que las ta-



les descripciones que han sido publicadas. De hecho, se han añadido toda clase de detalles. También se debe apreciar que la bibliografía no es de fiar, en absoluto, respecto a puntos importantes tales como las formas y tamaños de las diversas partes del equipo, aunque, evidentemente, la eficacia de la instalación depende mucho de ello.

En todos los procedimientos de los que se sabe que han hallado aplicación industrial para la elaboración del absorbato obtenido por tratamiento con un líquido acuoso del efluente gaseoso de la zona de reacción, dicho absorbato es dividido primero en una fracción que contiene la mayor parte del agua, y otra fracción que contiene la mayor parte del óxido de etileno junto con una proporción relativamente pequeña del agua y con materiales presentes en el absorbato que sean más volátiles que el óxido de etileno, así como, posiblemente, pequeñas proporciones de componentes menos volátiles. (Etapa I de separación). La última fracción es sometida luego a un tratamiento que produce una fracción consistente sustancialmente solo en agua y óxido de etileno, y una segunda fracción que contiene sustancialmente todos los componentes más volátiles que el óxido de etileno, así como, inevitablemente, también una proporción del óxido de

407225

28



etileno originalmente presente (Etapa II de separación). Finalmente, se puede recuperar óxido de etileno puro, o al menos sustancialmente puro, de la primera de estas dos fracciones, siendo el resto un líquido acuoso que generalmente contiene las impurezas menos volátiles que el óxido de etileno, así como una pequeña proporción de óxido de etileno. (Etapa III de separación).

Sin embargo, cuando se desea convertir todo o parte del óxido de etileno en etilenglicol y/o polímeros del mismo, esta conversión puede ser efectuada en la solución acuosa resultante de la Etapa II de separación, o en parte de dicha solución, prescindiendo de la Etapa III de separación, y añadiendo las etapas apropiadas para aislar, o en cualquier caso concentrar, el etilenglicol monómero o polímero. Sin embargo, las Etapas I y II de separación siguen siendo esenciales para obtener una solución acuosa concentrada a partir del absorbato.

Otros esquemas que han sido descritos para concentrar y purificar el absorbato resultante del procedimiento usual para la oxidación directa de etileno a óxido de etileno (Enciclopedia Kirk-Othmer, 1ª edición, volumen 5, página 918 y parte superior de la página 919, 2ª edición, volumen 8, página 537, líneas

407225



11-3 desde abajo; Enciclopedia Ullmann, 3ª edición, volumen 3, página 149, líneas 8-12) no parecen haber sido usados nunca, excepto posiblemente en pequeñas instalaciones experimentales. Del método de elaboración perteneciente al procedimiento Atlantic-Vulcan 5 no se sabe tampoco que haya sido usado nunca en escala industrial, como ya se ha indicado antes. Sin embargo, un punto de interés es que, aunque este método es bastante diferente en su curso siguiente, la Etapa I de separación está muy claramente presente. Desde 10 luego, es bastante evidente que ha de ser ventajoso eliminar en primer lugar la mayor parte del agua del absorbato, de manera que luego se pueda continuar el procedimiento con una cantidad de material muy reducida, de la que se ha de recuperar eventualmente el óxi 15 do de etileno y/o etilenglicol.

La Etapa I de separación se efectúa generalmente por arrastre con vapor de agua. En el procedimiento original de SD esto se efectuaba a una presión 20 ligeramente por debajo de la atmosférica (véase Chemical Engineering, 28 de julio de 1958, 58, página 103, 3ª columna, línea 3; Enciclopedia Kirk-Othmer, 2ª edición, vol. 8, página 538, líneas 14-16). En el procedimiento Shell, esta operación de arrastre con vapor 25 de agua ha sido, sin embargo, efectuada invariablemen

21.10.72

407 225



te a una presión ligeramente superior a la atmosférica
(véase memoria descriptiva de la patente de los EE.UU.
2.756.241, columna 4, líneas 4-6, y memoria descripti
va de la patente de los EE.UU. 2.771.473, columna 3,
5 líneas 10-14). Hay indicaciones de que actualmente tam
bién SD prefiere una presión ligeramente por encima de
la atmosférica. (véase, por ejemplo, memoria descripti-
va de la patente de los EE.UU. 3.174.262, columna 3,
líneas 22-24, y memoria descriptiva de la patente de
10 los EE.UU. 3.418.338, columna 4, línea 48, así como
la columna 5, líneas 30 y 50-55; parece ser particular-
mente preferida una presión de aproximadamente 1,4
atm).

Las figuras 1-4, a discutir ahora, se refie
15 ren a instalaciones descritas en publicaciones ante-
riores para elaboración del absorbato para soluciones
acuosas concentradas de óxido de etileno, en las Eta-
pas I y II de separación. También muestran equipo para
la Etapa III de separación, en la que el óxido de eti-
20 leno es aislado de dichas soluciones acuosas.

Las figuras 5-7 se refieren al sistema de
elaboración de la presente invención, y serán discuti
das después.

El sistema de elaboración de la figura 1
25 (tomado prestado de la memoria descriptiva de la pa-

407225



tente de los EE.UU. 2.771.473, pero ligeramente simpli-
ficado y con diferentes números de referencia, para
conseguir acuerdo con los de las otras figuras de la
presente memoria descriptiva de patente) muestra clara-
5 mente las tres etapas de separación. Tal sistema de
elaboración ha sido usado tanto por SD como por Shell,
aunque, desde luego, con variaciones de detalle.

La figura 2 (tomada prestada del libro de
Marshall Sittig ya mencionado antes, página 143) mues-
10 tra el sistema de elaboración Atlantic-Vulcan, bastan-
te diferente en lo que respecta a las siguientes eta-
pas de separación, pero que comprende un separador
usual para efectuar la Etapa I de separación.

La figura 3 muestra el sistema de elabora-
15 ción según la memoria descriptiva de la patente de los
EE.UU. 3.174.262, que es una variante del sistema de
la figura 1. Sin embargo, la figura 3 no ha sido toma-
da prestada de la memoria descriptiva de la patente de
los EE.UU. que se acaba de mencionar, sino (con alte-
20 ración de los números de referencia) de la memoria des-
criptiva de la patente de los EE.UU. 3.418.338, debido
a que se ha hallado que la representación allí dada es
más clara.

La figura 4 muestra el sistema de elaboración
25 de la solicitud de patente anterior, de los mismos au

407225

28



tores que la presente, nº 398.710. Este sistema es una variante de los sistemas de las figuras 1 y 3, es decir, que el sistema en cuestión solo es realmente específico respecto a la Etapa II de separación.

5 Todas las figuras 1-4 muestran una columna 30 de arrastre con vapor de agua, con tuberías 29, 31, 35 y 40 de suministro y descarga. Las figuras 1 y 4 comprenden también la columna 18 de absorción que forma parte del sistema de recirculación. Las figuras 1, 3 y 4 están en muy gran parte limitadas a las características principales; la figura 2 da claramente una representación ligeramente más detallada de lo que podría haber sido el sistema en la práctica industrial real.

15 En la figura 1, la fracción de cabeza procedente de la columna 30 de arrastre con vapor de agua (Etapa I de separación) es pasada por la tubería 31 a la columna 46 de destilación (Etapa II de separación), de la cual los contaminantes tales que son gaseosos a 20 temperaturas y presiones normales, así como una pequeña proporción del óxido de etileno originalmente presente, son descargados por la tubería 47. Desde la columna 46, una solución acuosa de óxido de etileno es 25 pasada por la tubería 51 a la columna 53, donde se efectúa la Etapa III de separación, es decir, una separa-



ción en una fracción gaseosa consistente principalmen
te en agua. La fracción líquida es descargada por la
tubería 59. La fracción gaseosa sale de la columna 53
por la tubería 54, que está provista de un enfriador
5 55 y desemboca en un recipiente 56 de condensación, des
de el cual el óxido de etileno en forma líquida puede
ser drenado por la tubería 57. Una pequeña cantidad
de óxido de etileno es descargada por la tubería 58 y
pasada como corriente de recirculación a la parte supe
rior de la columna 53. En la tubería 58 se incluye un
10 enfriador 90, mientras que la figura 1 muestra también
una tubería 91 de desgasificación que sirve para con-
trolar la presión en el recipiente 56 de condensa-
ción.

15 En la figura 2, la Etapa I de separación (co-
lumna 30 de arrastre con vapor de agua) corresponde
en general a la de la figura 1, aunque se indican al-
gunos detalles más. En el cruce de las tuberías 29 y
35 hay un cambiador de calor 38, y la tubería 31 condu-
ce a través de un enfriador 41 al recipiente 42 de se-
20 paración de fases. Una corriente de recirculación flu-
ye desde dicho recipiente 42 de separación de fases
a la columna 30 por la tubería 43, y luego la tubería
44 conduce a la parte siguiente del sistema de elabora-
25 ción. Desde luego, estas diferencias respecto a la fi

407225

28 0



gura 1 no son esenciales en absoluto. Un punto más im-
portante, sin embargo, es que ahora se introduce una
cantidad adicional de solución acuosa diluida de óxido
de etileno en la tubería 43 por la tubería 66, y así
5 luego a la columna 30. Además, la función de la colum-
na 65, a la que conduce la tubería 44, no es la misma
que la de la columna 46 de la figura 1. Las condicio-
nes en la columna 65 son tales que aunque además de
los componentes muy volátiles se evaporen proporciones
10 importantes de dióxido de carbono y óxido de etileno,
el líquido de colas contiene todavía una proporción no
despreciable de dióxido de carbono, así como una pro-
porción grande del óxido de etileno introducido en la
columna. Esto es debido al hecho de que las condicio-
15 nes se eligen de manera tal que se evapore muy poca
agua, lo que implica que no se pueda conseguir una
evaporación sustancialmente completa de los componen-
tes con volatilidad relativamente baja y buena solubi-
lidad en agua. Esta es la razón por la que es tan im-
20 portante que el líquido de colas, con su relativamente
alto contenido de óxido de etileno, sea recirculado a
la columna 30 por la tubería 66. Debido a la baja pro-
porción de agua que se evapora, apenas hay más agua
presente más arriba en la columna 65, siendo el agua
25 condensada de forma prácticamente completa y enviada

407225



como reflujo a las colas que ya están en una parte inferior de dicha columna. A una altura tal de la columna 65 que ya no haya más que una cantidad despreciable de agua presente, mientras que el óxido de etileno está presente en su mayor parte en estado líquido, una corriente que consiste principalmente en material líquido es ramificada y pasada por la tubería 71 a la columna 72. En esta columna se obtiene una fracción de colas líquida consistente principalmente en óxido de etileno, mientras que los componentes más volátiles, especialmente el dióxido de carbono, son evaporados, siendo recirculado a la columna 65 por la tubería 73 el vapor de cabeza procedente de la columna 72. Finalmente, una fracción de cabeza gaseosa sale de la columna 65. Esta fracción de cabeza es bastante similar en composición a la fracción de cabeza que en el aparato de la figura 1 es descargada de la columna 46 por la tubería 47, aunque el contenido de agua ha de ser menor. La fracción de cabeza de la columna 65 es pasada por la tubería 67, en la que se ha incluido el refrigerador 48, al recipiente 49 de separación de fases, del que una corriente de recirculación es pasada a la columna 65 por la tubería 50. Una fase gaseosa que tiene un contenido de óxido de etileno aceptablemente bajo es descargada del sistema por la tubería 39. El óxido

21.10.72

- 22 -

407225



de etileno obtenido como líquido de colas en la columna 72 es pasado, como el producto final en la figura 1, por la tubería 54, que comprende el refrigerador 55, a un recipiente 56 de almacenamiento. Sin embargo, parte de la corriente es ramificada ahora desde la tubería 54 y recirculada a la columna 72 por la tubería 69, que comprende un calentador 68 de serpentín de vapor.

En el sistema de la figura 2 las Etapas II y III de separación han sido, desde luego, fundidas más o menos entre sí. La fracción de colas de la columna 65 se parece a la de la Etapa III de separación usual, mientras que la fracción de cabeza en esta columna se parece a la de la Etapa II de separación usual. La fracción de colas de la columna 72 se parece a la fracción de cabeza de la Etapa III de separación usual. Parece que se podría conseguir una eliminación más eficaz de contaminantes del óxido de etileno cuando se obtiene finalmente como fracción de cabeza, en vez de como fracción de colas, como es el caso en el sistema de la figura 2.

Se apreciará que la columna 65 ha de ser bastante alta para obtener suficiente enfriamiento, primero para condensación del agua a un nivel menor, y luego para condensación también del óxido de etileno a un nivel mayor. Esta ha podido bien ser una ra-



zón para que el sistema de la figura 2 no haya conseguido ser considerado lo suficientemente atractivo para uso a gran escala en la práctica industrial.

En la figura 3, justamente igual que en la figura 2, está indicada una tubería 32 de descarga en el fondo de la columna 30 de arrastre con vapor de agua (Etapa I de separación). Sin embargo, está claro que esta no debe ser considerada como diferencia fundamental respecto a la figura 1, sino simplemente como muestra de tener conciencia de que las impurezas menos volátiles han de ser eliminadas del sistema en algún lugar adecuado. En la figura 3, la fracción de cabeza de la columna 30 es pasada por la tubería 31 al recipiente 42 de condensación, que en alguna medida corresponde al recipiente 42 de separación de fases de la figura 2. Sin embargo, aparentemente, todo el material del recipiente 42, parcialmente en forma gaseosa y parcialmente en líquida, es pasado ahora a la columna 46 (Etapa II de separación) por la tubería 44, aunque la ausencia en la figura 3 de la tubería 43 de recirculación, presente en la figura 2, no prueba concluyentemente que tal tubería haya estado también ausente en instalaciones industriales grandes correspondientes a la figura 3. La columna 46 de la figura 3 corresponde a la columna 46 de la figura 1,

407225

28



respecto a la naturaleza de la separación efectuada en ella. Una mezcla gaseosa es eliminada de nuevo del sistema por la tubería 47, mientras que una solución acuosa de óxido de etileno sale de la columna 46 por la tubería 51. Sin embargo, en este caso la columna 46 no es una columna de destilación, como en la figura 1, sino una columna de absorción en la que se introduce por la tubería 95 un absorbente acuoso. El líquido de colas de la columna 46, que en lo sucesivo será llamada reabsorbedor, para distinguirla del primer absorbedor 18 que forma parte del sistema de recirculación, es pasado a la columna 53 de destilación (Etapa III de separación) por la tubería 51, de la misma manera que en la figura 1. (La figura 3 muestra como detalle adicional la tubería 96 para la introducción del vapor de agua que sirve para calentar la columna 53, pero, desde luego, se trata aquí otra vez de una diferencia que no puede ser considerada esencial). De la columna 53, por la tubería 54, se descarga una fracción de cabeza gaseosa consistente en óxido de etileno con una cantidad relativamente pequeña de agua. Justamente igual que en la figura 1, se muestran un recipiente 56 de condensación, una tubería 57 de descarga y una tubería 58 de recirculación. La fracción de colas de la columna 53, que consiste en agua con pequeñas cantida-

407225



28 OCT 1979

des de óxido de etileno y otros materiales disueltos,
es descargada por la tubería 59 como en la figura 1,
pero ahora se muestra también cómo este líquido acuoso
es recirculado para nuevo uso en el sistema, concretamente
5 en cuanto a que la tubería 59 conduce al refrigerador 97,
desde el cual la corriente en cuestión es devuelta al reabsorbedor 46
por la tubería 95. Se proporciona un cambiador de calor 98 en el punto
en que se unen las tuberías 51 y 59. Una corriente de
10 purga puede ser descargada del sistema por la tubería 99.

La figura 4 muestra un cambiador de calor 38 en el cruce de las tuberías 29 y 35,
como la figura 2, pero, desde luego, esto no es una diferencia
15 esencial respecto a las figuras 1 y 3. En la figura 4, el vapor de cabeza
de la columna 30 (Etapa I de separación) es pasado por la tubería 31 a la
Etapa II de separación, formada ahora por el recipiente 42 de separación
de fases, reabsorbedor 146 y columna 46 de
20 destilación. La tubería 31 contiene un cambiador de calor 41, más o menos
comparable con el cambiador de calor 41 de la figura 2, y conduce al
recipiente 42 de separación de fases. Sin embargo, al contrario de lo que
es el caso en la figura 3, donde tal recipiente de separación de fases
25 está también presente, las fa

21.10.72

407225



28 OCT 1972

ses gaseosa y líquida están sujetas ahora a diferentes
tratamientos posteriores. El vapor es pasado por la
tubería 144 al reabsorbedor 146, que en cierto grado
es comparable al reabsorbedor 46 de la figura 3. Un
5 absorbente acuoso es introducido en el reabsorbedor
146 por la tubería 95, y un gas de purga, consistente
principalmente en componentes volátiles, incluyendo
etileno y otros hidrocarburos de bajo peso molecular,
así como dióxido de carbono, sale de la columna 146
10 por la tubería 147. (Desde luego, esta corriente de
purga puede ser comprimida y recirculada al reactor de
oxidación, de manera que se evite la pérdida del etileno
que está contenido en ella). El líquido de colas
acuoso del reabsorbedor 146, que es rico en óxido de
15 etileno, fluye por la tubería 151 a la tubería 44, y
es reunido así con la fase líquida procedente del se-
parador 42 de fases, que ya fluye por la tubería 44.
La totalidad del líquido es pasada luego a la columna
46 de destilación. Como en el sistema de la figura 1,
20 una corriente líquida consistente principalmente en
agua y óxido de etileno es obtenida como producto de
colas y es pasada por la tubería 51 a la columna 53 de
destilación (Etapa III de separación). La fracción de
cabeza gaseosa de la columna 46 de destilación, que aho-
25 ra contiene una menor proporción de mezclas volátiles

407225



y una proporción mayor de óxido de etileno que las que
contenía en el caso de la fracción de cabeza de la co
lumna 46 en el sistema de la figura 1, es recirculada
por la tubería 47 a la tubería 31, es decir, es combi-
5 nada con la fracción de cabeza de la columna 30 de arras-
tre con vapor de agua.

En la columna 53 de fraccionamiento, que es
calentada con vapor de agua que circula por la tubería
96, el óxido de etileno es recuperado de nuevo como va-
10 por de cabeza, que circula por la tubería 54. El líqui-
do acuoso de colas circula por la tubería 59, que aquí
se muestra conduciendo a las tuberías 95 y 66, de mane-
ra que dicho líquido acuoso es recirculado a la colum-
na 146 de absorción y columna 30 de arrastre con vapor
15 de agua, respectivamente. Se apreciará que la corrien-
te acuosa también puede ser recirculada de alguna otra
manera, que es deseable una corriente de purga y/o un
tratamiento de purificación, y que se le puede añadir
agua de nueva aportación o alguna otra corriente acuo-
20 sa.

La figura 4 muestra también otro tratamiento
de purificación para la corriente de óxido de etileno
que circula por la tubería 54. (Sin embargo, se apre-
ciará que el mismo tratamiento, o uno similar, puede
25 ser aplicado también a corrientes de óxido de etileno

407225

280



obtenidas de sistemas de elaboración distintos del de la figura 4, y que con el sistema de elaboración de la figura 4 también se puede prescindir de nueva purificación). La tubería 54 conduce a la columna 101 de destilación, de la que una corriente de cabeza de óxi-
5 do de etileno purificado es obtenida y pasada por la tubería 57, que contiene el cambiador de calor 55, a un recipiente de almacenamiento que no se muestra en la figura 4. La fracción de colas de la columna 101,
10 que circula por la tubería 102, consiste en óxido de etileno de menor grado de pureza. Contiene la mayoría del acetaldehído que entra en la columna 101 por la tubería 54. Si se desea, el óxido de etileno contenido en esta corriente puede ser separado del acetalde-
15 hído en una columna de destilación independiente, que no se muestra en la figura 4, para maximizar la cantidad de óxido de etileno de gran pureza producido. El vapor de óxido de etileno de tal columna de acetaldehído puede ser añadido luego al que fluye por la tube-
20 ría 57. Una segunda fracción de colas, retirada también de la columna 101 de destilación, es devuelta por la tubería 103 a la columna 53, donde es empleada como reflujo.

En relación con el tratamiento de purificación que se acaba de describir, puede ser útil obser-
25

407225'

28



var que hay una tendencia general a que los requisitos de comercialización, en lo que respecta a la pureza del óxido de etileno, se hagan cada vez más severos. Por tanto, es muy probable que unas etapas posteriores de purificación que sigan a la Etapa III de separación se
5 conviertan en práctica común. También es posible, y esto parece incluso bastante usual ya, dividir el óxido de etileno producto en fracciones de diferentes grados de pureza. En tal caso, puede ser bien ventajoso convertir
10 el óxido de etileno de esas fracciones que comprenden grandes cantidades de contaminantes, en etilenglicol, del que se puede hallar que es fácil de vender, incluso impuro, aunque, si es necesario, la purificación bien pudiera ser más fácil de efectuar que la purificación del óxido de etileno original muy contamina-
15 do. En aquellos casos en que una gran proporción, o incluso todo el óxido de etileno producido, es convertido en etilenglicol monómero y/o polímero, bien puede suceder que se considere innecesaria la purificación
20 previa del óxido de etileno por tratamientos que sigan a la Etapa III de separación, e incluso se puede prescindir ocasionalmente de la propia Etapa III de separación.

Dejando de tomar en consideración la Etapa
25 III de separación y los posibles tratamientos posterior-

21.10.72

407225

28



res, pero concentrando la atención más en particular en lo que sucede en las Etapas I y II de separación de las figuras 1, 3 y 4, se puede describir esto como un procedimiento para concentrar y purificar una
5 solución acuosa diluída de óxido de etileno, tal como, por ejemplo, el absorbato que resulta de la preparación de óxido de etileno por oxidación directa de etileno con oxígeno molecular en un sistema usual con recirculación, siendo dividida dicha solución acuosa diluída,
10 que además de óxido de etileno comprende una cierta proporción de otras diversas sustancias disueltas, parcialmente más volátiles y parcialmente menos volátiles que el óxido de etileno, en una primera etapa de separación, en una fracción que contiene la mayoría del
15 agua originalmente presente, y una segunda fracción que contiene el resto del agua, la mayoría del óxido de etileno presente, y de tales componentes de la solución original que sean más volátiles que el óxido de etileno, así como, posiblemente, pequeñas proporciones
20 de componentes distintos del agua que son menos volátiles que el óxido de etileno, siendo dividida dicha segunda fracción, en una segunda etapa de separación, en una fracción que contiene la mayoría de los componentes que son más volátiles que el óxido de etileno,
25 una pequeña parte del óxido de etileno, así como posi



blemente algo de agua, y una segunda fracción que contiene la mayoría del agua y óxido de etileno.

Esta segunda fracción es una solución acuosa de óxido de etileno que es más concentrada y tiene mayor grado de pureza que la solución acuosa original. La concentración es debida principalmente, o quizá incluso solamente, a la primera etapa de separación, en la que también se eliminan aquellos componentes de la solución acuosa original que son menos volátiles que el óxido de etileno, al menos en gran medida, mientras que los componentes más volátiles que el óxido de etileno son eliminados, al menos en gran medida, en la segunda etapa de separación.

El dióxido de carbono pertenece a los componentes usuales del absorbato que son más volátiles que el óxido de etileno, pero, desde luego, su elevada solubilidad en agua presenta alguna dificultad en lo que respecta a su eliminación total.

El acetaldehído es menos volátil que el óxido de etileno, pero su volatilidad es aún suficiente para que parte de él penetre en las fracciones ricas en óxido de etileno, cuando estas son separadas de las fracciones que contienen la mayoría o incluso prácticamente toda el agua originalmente presente.

El formaldehído es un caso bastante especial.

407225

28



En estado puro tiene un punto de ebullición bastante bajo, concretamente -21°C . Sin embargo, reacciona con agua formando productos muy estables, concretamente $\text{CH}_2(\text{OH})_2$, que es metilenglicol, y polímeros del mismo. Por tanto, el formaldehído permanecerá normalmente en las colas acuosas cuando en alguna etapa de separación se obtenga como producto de cabeza una fracción vapor rica en óxido de etileno. Sin embargo, puede tener lugar alguna disociación del metilenglicol, de manera que el formaldehído, así como el acetaldehído, puede penetrar en cierta medida en una corriente que es rica en óxido de etileno.

Por regla general, la solución acuosa purificada y más concentrada que es resultado del procedimiento, según acaba de ser definido, ha de ser elaborada para obtener productos vendibles tales como etilenglicol monómero y/u oligómero, y/u óxido de etileno. Si es necesario o deseable, dicha solución acuosa es sometida a un tratamiento (llamado en lo que antecede de Etapa III de separación) en el que el óxido de etileno es separado del agua y la mayoría de tales otros compuestos que aún puedan estar disueltos en el líquido. Luego, si es necesario o se desea, el óxido de etileno puede ser sometido a uno o más tratamientos de purificación adicionales. Sin embargo, el procedimiento

407225

28



que ahora ha de ser tomado en consideración acaba con la producción de la solución acuosa más concentrada y purificada de óxido de etileno. La presente invención se refiere a una modificación de este procedimiento.

5 La presente invención se refiere esencialmente a una manera especial de efectuar la segunda etapa de separación del procedimiento, y por tanto, en este sentido, es similar a los procedimientos de la memoria descriptiva de la patente de los EE.UU. 3.174.262 y la
10 solicitud de patente, anterior, de los mismos autores que la presente, a las que se refieren las figuras 3 y 4, respectivamente.

 Según la presente invención, la segunda etapa de separación se efectúa por enfriamiento de la fracción, rica en óxido de etileno, procedente de la primera etapa de separación, y llevándola luego a un separador de fases del que se retiran por separado las fracciones líquido y vapor, siendo enfriada la fracción vapor de manera que pueda condensar parcialmente a líquido, tras lo cual dicha fracción vapor, o en cualquier
15 caso la parte de ella que no haya condensado, es puesta en contacto en contracorriente con la fracción de líquido procedente del separador de fases, en un reabsorbedor en el que, si es necesario o se desea, se puede introducir también una corriente adicional de absor-
20
25

21.10.72



407225

bente acuoso procedente de alguna otra fuente, salien-
do del reabsorbedor por la cabeza una fracción gaseo-
sa que contiene la mayoría de los componentes más vo-
látiles que el óxido de etileno y una pequeña parte
5 del óxido de etileno, mientras que la fracción de colas
es una solución acuosa de óxido de etileno que puede
ser reunida con la parte licuada de la fracción vapor
procedente del separador de fases, si esta no es intro-
ducida en el reabsorbedor, y puede ser sometida, como
10 tal o reunida con la parte licuada de la fracción va-
por procedente del separador de fases, a uno o más tra-
tamientos adicionales de concentración y/o purifica-
ción.

Se apreciará que entre los tratamientos adi-
15 cionales que se acaban de mencionar no se pueden incluir
tratamientos para efectuar la conversión del óxido de
etileno en etilenglicol y/o polímeros del mismo, o tra-
tamientos para el aislamiento de óxido de etileno, que
pertenecen a lo que se ha llamado Etapa III de separa-
20 ción en lo que antecede. Por definición, la corriente
de producto del procedimiento de la presente invención
es una solución acuosa de óxido de etileno. Sin embar-
go, a título de ejemplo de un tratamiento adicional que
forma parte del procedimiento de la invención, se pue-
25 de mencionar una destilación, tal como en la columna

407225



46 de la figura 4. La fracción de cabeza de esta columna también puede ser reunida luego, como en la figura 4, con la fracción de cabeza procedente de la primera etapa de separación, preferiblemente en un lugar que preceda al separador de fases, o incluso en un lugar que preceda a la zona de enfriamiento. La fracción de colas procedente de esta destilación adicional ha de ser considerada, por tanto, como la corriente producto de este procedimiento. En ausencia de cualquier tratamiento adicional que forme parte del procedimiento de la presente invención, la fracción de colas del reabsorbedor, como tal o reunida con la parte licuada de la fracción vapor procedente del separador de fases, constituye el producto final del procedimiento según la presente definición.

Evidentemente, el procedimiento de la presente invención es similar al de la solicitud de patente pendiente, anterior, de los mismos autores que la presente (figura 4), en cuanto que también en el procedimiento de que allí se trata la fracción rica en óxido de etileno procedente de la primera etapa de separación es enfriada y pasada a un separador de fases, del cual se retiran por separado las fracciones líquido y vapor, siendo pasada la fracción vapor a un reabsorbedor. Sin embargo, la fracción líquida no es pasada al

407225

28



reabsorbedor, como en el procedimiento de la presente invención, sino reunida con la fracción de colas del reabsorbedor y sometida a un tratamiento de destilación.

5 En una realización preferida del procedimiento de la presente invención, la fracción de colas del reabsorbedor es reunida con la parte licuada de la fracción vapor procedente del separador de fases, ya que es mezclada primero con la totalidad de la fracción vapor del separador de fases, siendo enfriada la corriente reunida así obtenida, e introducida luego en un segundo separador de fases, siendo introducida en el reabsorbedor la fase vapor procedente de dicho segundo separador de fases.

10
15 Si así se desea, la fracción vapor procedente del primer separador de fases puede ser también enfriada por separado y reunida luego con el líquido de colas procedente del reabsorbedor, tras lo cual la corriente reunida es introducida en el segundo separador de fases. Sin embargo, esto no es preferido.

20
25 En cualquier caso, es la fase líquida procedente del segundo separador de fases lo que ha de ser considerado como corriente producto del procedimiento, es decir, la solución acuosa de óxido de etileno que, como se ha indicado antes, puede constituir un produc-

407225



28 OCT 1972

to final, pero también puede, si es necesario o se desea, ser sometida a uno o más tratamientos posteriores de concentración y/o purificación. Se reconoce que una pequeña cantidad de material puede evaporarse del líquido de colas del reabsorbedor y pasar a la fracción vapor del segundo separador de fases, pero la magnitud en que esto pueda suceder no es tal que haga inapropiada la afirmación según la cual la fracción de colas procedente del reabsorbedor es reunida con la parte líquida de la fracción vapor procedente del separador de fases.

En el procedimiento de la presente invención se prefiere enfriar no solo la fase vapor, sino también la fase líquida procedente del separador de fases en que se introduce la fracción rica en etileno procedente de la primera etapa de separación, antes de introducir dicha fase líquida en el reabsorbedor. Sin embargo, es deseable que no sean inferiores a 11°C las temperaturas a que se enfrían las fases líquida y vapor procedentes del separador de fases. Esto tiene, de hecho, interés general cuando se enfrían soluciones acuosas de óxido de etileno, debido a que de lo contrario se pueden formar hidratos sólidos de óxido de etileno; (véase Maass y otros, J. Am. Chem. Soc., vol. 44, págs. 1709, 1721-23 (1922)). Tales hidratos pueden causar blo-

407225



queo de las tuberías de circulación y otras partes del equipo. Por otra parte, las mezclas de óxido de etileno y agua han de ser tratadas preferiblemente a temperaturas por debajo de 125°C , si se desea evitar, en la medida en que sea posible, la conversión del óxido de etileno a etilenglicol, dietilenglicol y polioles superiores. Preferiblemente, se hace trabajar el sistema de elaboración a presiones atmosféricas o superiores, de manera que se evite arrastrar aire al interior del equipo, lo que puede conducir a la formación de mezclas potencialmente explosivas. Se ha de evitar en la medida que sea posible la compresión de corrientes gaseosas con alta concentración de óxido de etileno, ya que tales mezclas son sensibles al calor y a la presión.

Generalmente, en la práctica real, el efluente del reactor de oxidación, en la oxidación directa de etileno, está a una presión de 10,5 a 24,6 at./abs. y a una temperatura de 210 a 290°C . La composición del efluente puede variar entre límites amplios, pero en los procedimientos con oxígeno, bajo las condiciones que en el presente se han de considerar usuales, comprende normalmente de 0,5 a 3% en moles de óxido de etileno, hasta 35% en moles de etileno, aproximadamente 6% en moles de oxígeno, de 0,5 a 15% en moles de dióxido

407225



28 OCT. 1972

xido de carbono, estando constituido el resto por otros materiales diluyentes incluyendo, por ejemplo, nitrógeno, argon e hidrocarburos de bajo peso molecular. El efluente del reactor es enfriado generalmente hasta una temperatura de 40 a 90°C antes de ser introducido en el absorbedor, donde las temperaturas están adecuadamente comprendidas entre 15 y 50°C, y las presiones entre 7,0 y 21,1 at./abs. El absorbato acuoso contiene generalmente óxido de etileno en concentración menor de 1,5% en moles.

Usualmente se emplea un separador para efectuar la "Etapa I de separación". La presión a mantener en este separador debe ser preferiblemente mayor que la atmosférica, por ejemplo entre 1,1 y 2,5 at./abs, dado que de lo contrario se puede arrastrar aire al interior del sistema y crear así mezclas potencialmente inflamables de óxido de etileno, hidrocarburos y oxígeno. Son ventajosas presiones incluso mayores que las que se acaban de indicar, ya que hacen posible efectuar la condensación de la fracción de cabeza del separador con agua de refrigeración ordinaria, mientras que solo parte de los componentes muy volátiles, tales como, por ejemplo, nitrógeno, permanece en fase gaseosa, cuando están presentes en proporciones demasiado grandes para resultar completamente disueltos en la

21.10.72

407225



1972

fase líquida.

De hecho, una técnica usual bien establecida consiste en usar una presión de 2,1 a 4,6 at./abs. para permitir la condensación de la fracción de cabeza, por intercambio indirecto de calor con agua de refrigeración ordinaria. Sin embargo, bajo tales condiciones se hidroliza una elevada proporción de óxido de etileno, formando etilenglicol y polímeros del mismo. Cuando esto es indeseable porque el óxido de etileno está destinado a constituir el producto principal, se ha de reducir la hidrólisis, lo que se puede efectuar trabajando a menor presión y condensando el producto de cabeza por refrigeración más drástica que la que se obtiene cuando se enfría con agua. Sin embargo, el coste de tal tratamiento bien puede anular el beneficio de mayores rendimientos de óxido de etileno.

Cuando se trabaja a presión menor, la fracción gaseosa de cabeza procedente de la columna de separación puede ser comprimida para hacer posible la condensación con agua de refrigeración ordinaria. Sin embargo, esto requiere un equipo caro, al tiempo que hay grandes riesgos implicados en la compresión de una fracción gaseosa que generalmente contiene al menos 25% en moles de óxido de etileno, y que puede contener tanto como de 80 a 90% en moles de óxido de etileno,

407225



porque tal mezcla es sensible al calor y a la presión, de manera que la compresión bien puede dar como resultado una descomposición explosiva.

5 Un tratamiento previo según la solicitud de patente, anterior, de los mismos autores que la presente, nº 404.095, hace posible hacer trabajar el separador de arrastre a una presión comprendida en el intervalo de 1,1 y 2,5 at./abs, antes indicado, mientras que la fracción de cabeza puede ser condensada de todas formas por enfriamiento con agua de refrigeración ordinaria bajo condiciones de presión similares, de manera que la compresión es innecesaria.

10

En cualquier caso, la fracción de cabeza de la zona de separación ha de ser enfriada y condensada parcialmente en el procedimiento de la presente invención. Preferiblemente es enfriada hasta una temperatura comprendida entre 35 y 50°C. Normalmente, la proporción molar entre agua y óxido de etileno en dicha fracción de cabeza está comprendida entre 2:1 y 3:1. Aunque esto no es necesario en el procedimiento de la invención, se prefiere mantener lo más baja posible la proporción de otras sustancias que están con el óxido de etileno y el agua en la fracción de cabeza, para facilitar una gran recuperación de óxido de etileno aguas abajo. En este respecto, el tratamiento previo de la

15

20

25

407225

28 004.1972



solicitud de patente, anterior, de los mismos autores que la presente, antes citada, es muy favorable.

5 Generalmente, la fase líquida del separador 42 de fases en la que en el procedimiento de la presente invención se introduce la fracción de cabeza de la zona de separación, tras enfriar, tiene un contenido de óxido de etileno comprendido entre 5 y 10% en moles.

10 Si las fracciones líquida y vapor procedentes del separador 42 de fases fueran puestas inmediatamente en contacto en el reabsorbedor 146, se podría conseguir poca recuperación del óxido de etileno contenido en la última, dado que las dos corrientes están en equilibrio de fases. Sin embargo, si se enfría la fracción
15 líquida, se refuerza mucho su capacidad para absorber el óxido de etileno contenido en la fracción vapor. Preferiblemente, ambas fracciones líquida y vapor son enfriadas independientemente hasta una temperatura comprendida entre 11 y 30°C, preferiblemente entre 14 y
20 30°C. Las temperaturas de ambas fracciones tras enfriar pueden ser iguales o diferentes.

25 Generalmente, el contenido de óxido de etileno en la fracción de cabeza procedente del reabsorbedor estará comprendido entre 20 y 65% en moles, a no ser que este contenido de óxido de etileno sea reducido



alimentando al reabsorbedor, de la manera descrita en lo que antecede, además de la fracción líquida procedente del separador de fases, una cantidad adicional de absorbente acuoso, preferiblemente una cantidad que
5 contenga como máximo 5 moles de agua por mol de óxido de etileno introducido en el reabsorbedor. El absorbente acuoso adicional puede ser reunido con la fracción líquida procedente del separador de fases, pero se prefiere introducirle por separado por la parte superior
10 del reabsorbedor, siendo introducida la fase líquida procedente del separador de fases por un lugar intermedio.

Las figuras 5-7 presentan representaciones diagramáticas de equipo tal que puede ser usado para
15 efectuar el procedimiento de la presente invención.

La figura 5 ilustra una realización muy simple del procedimiento. Como en la figura 4, el vapor de cabeza de la columna 30 de arrastre con vapor (Etapa I de separación) es pasado a la Etapa II de separación, lo que se efectúa mediante el separador 42 de
20 fases y el reabsorbedor 146. La tubería 31, en la que se ha incluido el cambiador de calor 41, conduce desde la parte superior de la columna 30 a dicho separador 42 de fases. (Si así se desea, el cambiador de calor
25 41 y el separador 42 de fases pueden ser combinados en

407225



un solo elemento de equipo, y actuar como condensador
parcial). La fase líquida sale del separador 42 de fa
ses por la tubería 44, y la fase vapor por la tubería
144. Ambas fracciones son enfriadas separada e indepen
5 dientemente en los cambiadores de calor 104 y 105, res
pectivamente. Una porción de la fracción vapor, que cir
cula por la tubería 144, será condensada normalmente
en el cambiador de calor 105. Las fracciones líquida
y vapor enfriadas pasan al reabsorbedor 146 por las tu
10 berías 44 y 144, respectivamente. En el reabsorbedor,
una porción sustancial del óxido de etileno contenido
en la fracción vapor que entra por la tubería 144 se
disuelve en la fracción líquida. El producto de colas,
que circula por la tubería 151, es una solución acuosa
15 de óxido de etileno sustancialmente exento de compues
tos más volátiles que el óxido de etileno. Puede ser
la corriente final de producto, o bien ser sometida a
tratamientos posteriores de concentración y/o purifi
cación, según se ha discutido en lo que antecede. La
20 fracción de cabeza, que circula por la tubería 147,
contiene estos compuestos volátiles y, además, algo de
agua y óxido de etileno. El contenido de óxido de eti
leno en la fracción de cabeza del reabsorbedor 146 pue
de ser reducido, sin embargo, alimentando agua o una
25 fracción acuosa con bajo contenido de materiales disuel

407225



tos, a dicho reabsorbedor, por la tubería 95. Sin embargo, en todos los casos tales que la cantidad total de óxido de etileno en la fracción de cabeza es tal que simplemente no puede ser desprendida, dicha fracción
5 puede ser lavada con agua o con una fracción acuosa que tenga bajo contenido de materiales disueltos. El absorbato resultante puede ser conducido, por ejemplo, a la zona 30 de arrastre con vapor.

La fracción de cabeza del reabsorbedor 146
10 puede ser introducida también de nuevo en el sistema de recirculación, en su totalidad, preferiblemente en un lugar entre las zonas de reacción y absorción.

La figura 6 difiere de la figura 5 solo en que parte del líquido de colas del reabsorbedor 146,
15 que circula por la tubería 151, es ramificada por la tubería 106 o recirculada a la tubería 144, lo que significa que es mezclada con la fracción vapor procedente del separador 42 de fases. La mezcla resultante es enfriada en el cambiador de calor 105 y pasada luego
20 al reabsorbedor 146. El sistema de la figura 6 es ventajoso por facilitar la eliminación de calor del reabsorbedor. Una cantidad de calor sustancial es liberada por la absorción del óxido de etileno de la fase vapor, y, si es eliminada insuficientemente, este calor calienta
25 al líquido que desciende, reduciendo así su capaci-

407225

28



dad para absorber óxido de etileno. Sin embargo, recir-
culando una porción del producto de colas, mezclado y
enfriado junto con la fracción vapor procedente del se-
parador 42 de fases, se enfría eficazmente la parte in-
5 ferior del reabsorbedor.

La figura 7 se refiere a la realización pre-
ferida del procedimiento de la presente invención, ya
discutida en lo que antecede, que implica la recircula-
ción total del líquido de colas del reabsorbedor para
10 mezclar con la fracción vapor del separador de fases.
La corriente resultante es sometida a enfriamiento, co-
mo en la figura 6, pero luego es introducida en un se-
gundo separador 107 de fases. La fracción vapor proce-
dente de este segundo separador de fases es introducida
15 en el reabsorbedor 146 por la tubería 108. La fracción
líquida que circula por la tubería 51 puede constituir
la corriente producto final del sistema, o puede ser
sometida a tratamientos posteriores de concentración
y/o purificación, como se ha discutido antes. Se verá
20 que la figura 7 difiere de la figura 6 solo en dos res-
pectos, concretamente, en primer lugar, en que falta
la tubería 151, circulando la total cantidad de líqui-
do de colas del reabsorbedor 146 por la tubería 106 a
la tubería 144, y, en segundo lugar, en que el material
25 enfriado en el cambiador de calor 105 es pasado al se

21.10.72

407225



gundo separador 107 de fases, con la tubería 108 de descarga para la fase vapor y la tubería 51 de descarga para la fase líquido.

5 La variante según la figura 7 es ventajosa porque la solución acuosa de óxido de etileno resultante es retirada en el punto del sistema en que la temperatura es la más baja, de manera que la volatilidad del óxido de etileno está en el mínimo y la capacidad de absorción de un absorbente acuoso en el máximo. La
10 variante de la figura 7 permite también una presión menor en la zona de separación para efectuar la Etapa I de separación, respecto a las figuras 5 y 6. Desde luego, esto es ventajoso cuando se desee restringir la hidrólisis del óxido de etileno en esta zona.

15 Es deseable efectuar un mejor enfriamiento de la parte inferior del reabsorbedor, ya que en la realización de la figura 6 esto puede ser conseguido introduciendo en el reabsorbedor 146 no solo la fracción vapor procedente del separador 107 de fases, sino
20 también parte de la fracción líquida, formando el resto de la fracción líquida la corriente de producto preliminar o final que circula por la tubería 51.

25 Se apreciará que la manera de efectuar la Etapa II de separación según la presente invención no está limitada en modo alguno a lo que está representa

407225



do por las figuras 5-7. De hecho, son admisibles toda
clase de variaciones. A título de ejemplo se puede men-
cionar una variación concreta. Consiste en que la co-
luna 146 reabsorbedora es reemplazada por dos colum-
5 nas 146a y 146b reabsorbedoras. Solo se usa como absor-
bente en la columna 146a la fracción líquida proceden-
te del separador 42 de fases, mientras que solo se usa
como absorbente en la columna 146b un líquido acuoso
procedente de alguna otra fuente. La totalidad de la
10 fracción de cabeza de la columna 146a es introducida
en la columna 146b, mientras que la fracción de cabeza
de la columna 146b circula por la tubería 147, y puede
ser manipulada de cualquier manera adecuada para tratar
la fracción de cabeza de un solo reabsorbedor 146. Las
15 fracciones de colas líquidas procedentes de las columnas
146a y 146b pueden ser reunidas y tratadas de cualquier
manera adecuada para tratar la fracción de colas de un
solo reabsorbedor 146. Sin embargo, las dos fracciones
de colas también pueden ser mantenidas separadas. Por
20 ejemplo, es posible combinar solo la fracción de colas
de la columna 146b con la fracción vapor procedente
del separador 42 de fases, por la tubería correspon-
diente a la tubería 106 de la figura 6, mientras que
la fracción de colas de la columna 146a forma la co-
25 rriente de producto que circula por la tubería 151.

de la tubería

Figura 6, 11

407225



Dado que la presente invención solo se refiere a una manera especial de efectuar la Etapa II de separación, se apreciará que es admisible toda clase de variaciones en conexión con la Etapa I de separación, cayendo aún dentro del ámbito de la protección de patente reivindicada el procedimiento resultante, consistente en las Etapas I y II de separación en combinación.

Por ejemplo, una variación en conexión con la Etapa I de separación ha sido expuesta en la memoria descriptiva de la patente de los EE.UU. 2.756.241. El líquido de colas acuoso procedente de la columna de separación con vapor de agua en que se efectúa la Etapa I de separación es sometido a un tratamiento, que puede ser considerado usual, para la eliminación parcial de subproductos tales como, por ejemplo, aldehidos y etilenglicol monómero u oligómero. Una corriente de purga es ramificada antes de que el líquido sea recirculado a la columna de absorción, lo que también puede ser considerado usual. Sin embargo, también se describe que el óxido de etileno presente en el líquido es convertido en etilenglicol adicional antes de ramificar dicha corriente de purga.

La memoria descriptiva de la patente de los EE.UU. 3.217.466 se refiere también a un tratamiento de la corriente acuosa de recirculación desde la Etapa

407225 28



I de separación hasta la columna de absorción. Sin embargo, no se hace mención de purga o purificación. El objetivo del tratamiento en cuestión es la regulación de la temperatura del líquido de absorción, y de la cantidad de vapor de agua a usar en la Etapa I de separación.

La memoria descriptiva de la patente de los EE.UU. 3.165.539 se refiere a un sistema de elaboración según se muestra en la figura 3 de la presente solicitud de patente, pero muestra un buen número de variaciones relativas a las tres Etapas de separación, siendo una modificación particularmente importante la introducción de un tratamiento previo del absorbato antes de ser pasado a la Etapa I de separación, algo similar al tratamiento previo de la solicitud de patente anterior que ya ha sido discutida en lo que antecede, aunque también hay diferencias importantes.

Naturalmente, todas las variaciones de la Etapa I de separación expuestas en la técnica anterior, que acaban de ser discutidas, pueden ser aplicadas también cuando se usa el procedimiento de la presente invención.

La solución acuosa de óxido de etileno resultante del procedimiento de la presente invención puede ser sometida a cualesquiera tratamientos poste-

407225

28 00



riores de concentración y/o purificación adecuados para el fin de obtener el producto que se destina al mercado.

Entre tales tratamientos se incluye la Etapa III de separación, según ha sido definida antes, así como posibles tratamientos posteriores tales como los discutidos en relación con la figura 4.

Ya se ha indicado que puede penetrar algo de acetaldehído en la corriente producto de óxido de etileno, e incluso algo de formaldehído, aunque el primero es menos volátil que el óxido de etileno, mientras que el segundo forma hidratos que son menos volátiles que el óxido de etileno. Desde luego, una etapa de destilación adicional, como en la figura 4, no es el único método para conseguir la eliminación del acetaldehído. También puede efectuarse esto, en principio, por ejemplo, por destilación extractiva. En relación con ello se puede hacer referencia a la memoria descriptiva de la patente de los EE.UU. 3.265.293.

Cuando sea deseable eliminar incluso la pequeña cantidad de formaldehído que pueda penetrar en la corriente producto de óxido de etileno, en relación con los presentes severos requisitos de venta respecto a la pureza del óxido de etileno, la destilación extractiva parece de nuevo un método adecuado y bastante

407225

28



evidente. Claramente, el uso de agua como líquido de extracción es entonces atractivo, ya que puede conducir a la nueva formación de metilenglicol y polímeros del mismo. En relación con ello se puede hacer referen-
5 cia a la memoria descriptiva de la patente de los EE.UU. 3.418.338, ya mencionada en relación con la figura 3. Por cierto que esta publicación no describe explícitamente el uso de agua en una destilación que sigue tras
10 la Etapa III de separación, aunque parece bastante atractivo efectuar la eliminación de formaldehído en una etapa de operación independiente que también sirve para el fin de eliminar el acetaldehído. Sin embargo, la memoria descriptiva de la patente de los EE.UU. núm. 3.418.338 recomienda especialmente la introducción de
15 agua como agente de extracción (más precisamente: "como único agente de extracción", sea cual sea el significado de la palabra "único" en ese contexto) en destilaciones efectuadas para realizar las Etapas I o III de separación, donde se están separando de fracciones
20 de colas acuosas fracciones de cabeza con contenidos aumentados de óxido de etileno.

Desde luego, la eliminación conjunta de formaldehído y acetaldehído puede efectuarse también por un tratamiento con una sustancia que sea capaz de captar aldehídos, por ejemplo mediante una reacción por
25

407225

28 10 1972

la que son convertidos en compuestos que puedan ser se-
parados fácilmente del óxido de etileno. En relación
con ello se puede hacer referencia a la memoria des-
criptiva de la patente de los EE.UU. 3.213.113; véase
5 también la memoria descriptiva de la patente británica
891.823.

EJEMPLO

En un sistema usual de recirculación para la
10 oxidación de etileno con oxígeno, catalizada con plata,
se obtuvo una solución acuosa diluída de óxido de etileno
de la zona de absorción en que el efluente de la
zona de reacción fué puesto en contacto con un líquido
acuoso que no contenía más que una pequeña proporción
15 de sustancias disueltas. El absorbato fué introducido
en una instalación de elaboración sustancialmente como
se muestra en la figura 7. Fué conducido por la tubería
20 a la zona 30 de arrastre con vapor, donde la presión
era 1,62 at./abs, mientras que las temperaturas supe-
rior e inferior, respectivamente, eran 100°C y 114°C.
La fracción de cabeza de la zona de separación, que cir-
culaba por la tubería 31, fué condensada parcialmente
en el cambiador de calor 41 al ser enfriada hasta una
temperatura de 38°C, y luego fué introducida en el se-
25 parador 42 de fases, donde la temperatura fué 38°C y la

407225

28

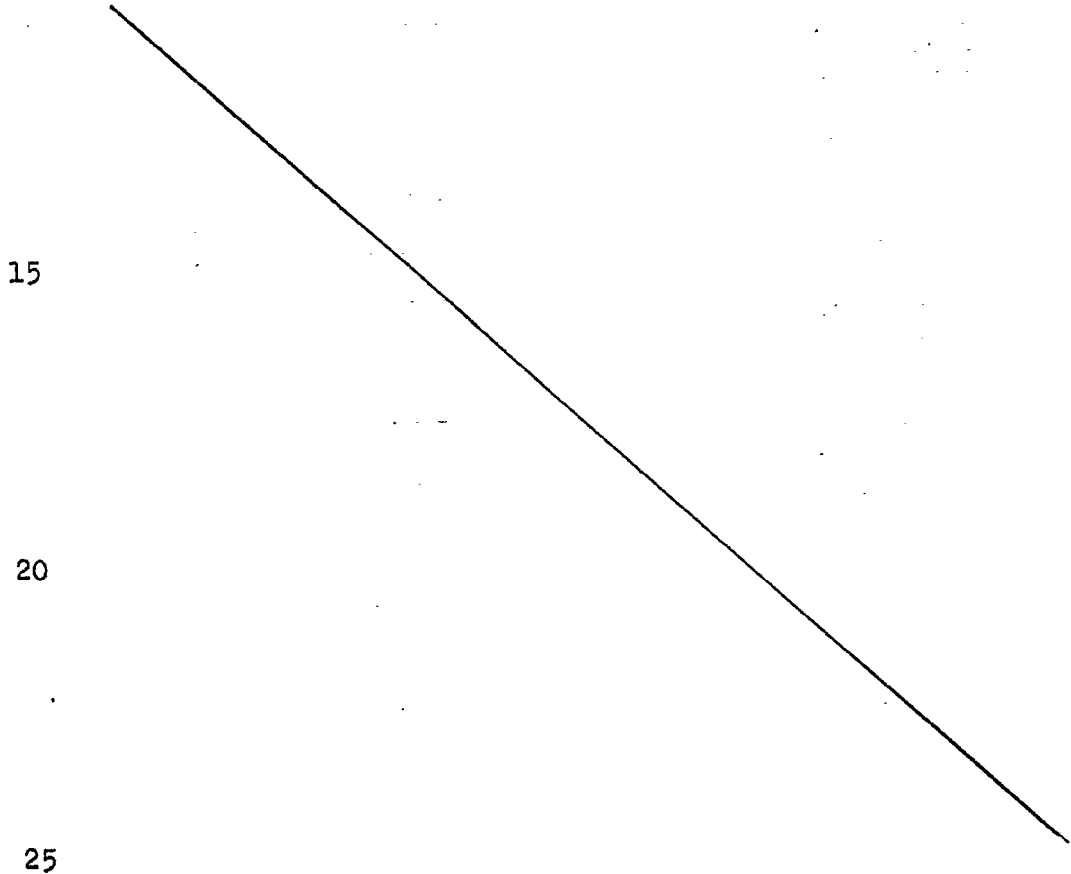


presión 1,35 at./abs. La fase líquida que salía del se-
parador 42 de fases por la tubería 44 fué enfriada has-
ta 16°C en el cambiador de calor 104. La fracción de
vapor del separador 42 de fases, que circulaba por la
5 tubería 144, fué mezclada con el producto de colas del
reabsorbedor 146, que circulaba por la tubería 106 ba-
jo una presión de 1,25 at./abs. y a una temperatura de
24°C. La totalidad del líquido, que seguía fluyendo por
la tubería 144, fué enfriada análogamente desde aproxi-
10 madamente 30°C hasta 16°C, en el cambiador de calor
105, e introducida luego en el separador 107 de fases,
donde la temperatura era 16°C y la presión 1,28 at./
abs. La fracción de colas líquida era una solución acuo-
sa de óxido de etileno, sustancialmente exenta de mez-
15 clas, y que abandonaba el separador 107 de fases por
la tubería 51. La fracción vapor del separador 107 de
fases, que circulaba por la tubería 108, fué puesta
en contacto en la zona 146 de reabsorción con el con-
densado enfriado de la tubería 44. Las presiones supe-
rior e inferior en la zona 146 de reabsorción fueron
20 1,20 y 1,28 at./abs, respectivamente, y las temperatu-
ras correspondientes 16°C y 24°C, respectivamente. En
la tabla siguiente se muestran las proporciones aproxi-
madas (en % en moles) de componentes en las diversas
25 corrientes de procedimiento, así como los caudales

407225



(en % en moles respecto a la corriente de cabeza del
separador de arrastre 30, que circula por la tubería
31) de estas corrientes. El término "gases permanen-
tes" significa gases tales como nitrógeno, oxígeno y
5 argón, que no pueden ser licuados fácilmente. El térmi-
no trazas se emplea cuando las cantidades estuvieron
comprendidas entre 0,005 y 0,05% en moles. Se conside-
ra que los componentes que estuviesen presentes en can-
tidades aún menores estaban ausentes, indicándose la
10 ausencia mediante un guión.



21.10.72

407225

407225 28 Oct 1972

T A B L A

	Tubería nº 35	Tubería nº 29	Tubería nº 31	Tubería nº 44	Tubería nº 144 antes de la unión con la tubería nº 106	Tubería nº 106	Tubería nº 144 tras unión tubería nº 106	Tubería nº 108	Tubería nº 147	Tubería nº 51
"Gases permanen- tes" + metano + etano	-	trazas	0,1	trazas	0,4	trazas	0,1	2,8	6,3	trazas
Etileno	-	trazas	0,1	trazas	0,3	trazas	0,1	2,4	5,4	trazas
Formaldehído (co- mo tal o en for- ma de metilén- glicol o sus po- límeros)	-	-	trazas	trazas	-	trazas	-	-	-	-
Dióxido de car- bono	-	trazas	0,5	trazas	2,0	trazas	0,5	15,4	33,6	trazas
Oxido de etile- no	-	0,8	29,6	8,3	93,0	10,4	30,8	78,0	53,2	29,2
Acetaldehído	-	-	trazas	trazas	-	trazas	trazas	trazas	-	trazas
Etilenglicol	1,0	1,0	-	-	-	-	-	-	-	-
Diétilengli- col	0,1	0,1	-	-	-	-	-	-	-	-
Agua	98,9	98,0	69,7	91,7	4,3	89,6	68,5	1,4	1,5	70,8
Caudal (% en moles)			100	74,9	25,1	76,7	101,8	3,3	1,47	98,5

21.10.72

407225

T A B L A

	Tubería nº 35	Tubería nº 29	Tubería nº 31	Tubería nº 44	Tubería nº 144 antes de la unión con la tubería nº 106
"Gases permanen- tes" + metano + etano	-	trazas	0,1	trazas	0,4
Etileno	-	trazas	0,1	trazas	0,3
Formaldehido (co- mo tal o en for- ma de metilen- glicol o sus po- límeros)	-	-	trazas	trazas	-
Dióxido de car- bono	-	trazas	0,5	trazas	2,0
Oxido de etile- no	-	0,8	29,6	8,3	93,0
Acetaldehido	-	-	trazas	trazas	-
Etilenglicol	1,0	1,0	-	-	-
Dietilengli- col	0,1	0,1	-	-	-
Agua	98,9	98,0	69,7	91,7	4,3
Caudal (% en moles)			100	74,9	25,1

407225

2803



1972

ría 44	Tubería nº 144 antes de la unión con la tubería nº 106	Tubería nº 106	Tubería nº 144 tras unión con la tubería nº 106	Tubería nº 108	Tubería nº 147	Tubería nº 51
as	0,4	trazas	0,1	2,8	6,3	trazas
as	0,3	trazas	0,1	2,4	5,4	trazas
as	-	trazas	-	-	-	-
as	2,0	trazas	0,5	15,4	33,6	trazas
3	93,0	10,4	30,8	78,0	53,2	29,2
as	-	trazas	trazas	trazas	-	trazas
	-	-	-	-	-	-
	-	-	-	-	-	-
7	4,3	89,6	68,5	1,4	1,5	70,8
9	25,1	76,7	101,8	3,3	1,47	98,5



407225

La corriente producto, que circulaba por la tubería 51, que tenía aproximadamente la misma concentración de óxido de etileno que la fracción de cabeza procedente de la columna 30 de separación, pero que contenía menos impurezas, fué sometida a una destilación como "Etapa III de separación", para obtener óxido de etileno exento de agua. En la medida necesaria, a causa de requisitos comerciales de pureza, este óxido de etileno fué sometido a tratamientos posteriores.

Alternativamente, el óxido de etileno de la solución acuosa de la tubería 51 puede ser convertido en etilenglicol, que luego puede ser aislado en formas monómeras y/u oligómeras.

La corriente de cabeza del reabsorbedor 146, que circula por la tubería 147, contiene una elevada proporción de óxido de etileno, pero no es más de aproximadamente el 2,6% del óxido de etileno introducido en el sistema, debido a que dicha corriente de cabeza es relativamente pequeña (solo el 1,47% en moles de la corriente de la tubería 31). Sin embargo, se consideró que valía la pena recuperar la mayoría del óxido de etileno en cuestión, por lavado de dicha fracción de cabeza con agua, antes de purgarla a la atmósfera.

Se halló que el contenido de óxido de etileno en la mezcla que circulaba por la tubería 147 también

407225



podía ser reducido introduciendo absorbente acuoso en el reabsorbedor 146 por la tubería 95.

La presente solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 4 de
5 Octubre de 1.971, bajo el Número 185.987, se acoge a los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

- REIVINDICACIONES -

15

Los puntos de invención, propia y nueva, que
20 se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

1.- Procedimiento para concentrar y purificar
una solución acuosa diluída de óxido de etileno, tal co-
25 mo, por ejemplo, el absorbato que resulta de la prepara-

21.10.72

- 59 -

A handwritten signature in dark ink, consisting of several stylized, overlapping loops and a horizontal line at the bottom.

407225

28 OCT 1972



ción de óxido de etileno por oxidación directa de etileno con oxígeno molecular, en un sistema usual de recirculación, siendo dividida en una primera etapa de separación dicha solución acuosa diluida, que además de óxido de etileno comprende una cierta proporción de otras diversas sustancias disueltas, en parte más volátiles y en parte menos volátiles que el óxido de etileno, en una fracción que contiene la mayoría del agua originalmente presente, y una segunda fracción que contiene el resto del agua, la mayoría del óxido de etileno y de los componentes de la solución original tales que sean más volátiles que el óxido de etileno, así como, posiblemente, pequeñas proporciones de componentes distintos del agua que sean menos volátiles que el óxido de etileno, siendo dividida dicha segunda fracción, en una segunda etapa de separación, en una fracción que contiene la mayoría de los componentes que son más volátiles que el óxido de etileno, y una pequeña parte del óxido de etileno, así como posiblemente algo de agua, y una segunda fracción que contiene la mayoría del agua y del óxido de etileno, caracterizado dicho procedimiento porque la segunda etapa de separación se efectúa enfriando la fracción rica en óxido de etileno procedente de la primera etapa de separación, y haciéndola pasar luego a un separador de fases del que se retiran independiente-

21.10.72

- 60 -

MM

mente las fracciones líquida y vapor, siendo enfriada la fracción vapor de manera que pueda condensar parcialmente a un líquido, tras lo cual dicha fracción vapor, o en cualquier caso la parte de ella que no ha condensado, es puesta en contacto en contracorriente con la fracción líquida procedente del separador de fases, en un reabsorbedor en el que, si es necesario o se desea, se puede introducir también una corriente adicional de absorbente acuoso procedente de alguna otra fuente, saliendo del reabsorbedor por la cabeza una fracción gaseosa que contiene la mayoría de los componentes más volátiles que el óxido de etileno y una pequeña parte del óxido de etileno, mientras que la fracción de colas es una solución acuosa de óxido de etileno que puede ser reunida con la parte licuada de la fracción vapor procedente del separador de fases, si ésta no es introducida en el reabsorbedor, y puede ser sometida, ya sea como tal o reunida con la parte licuada de la fracción vapor procedente del separador de fases, a uno o más tratamientos posteriores de concentración y/o purificación.

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, donde la fracción de colas del reabsorbedor es reunida con la parte licuada de la fracción vapor procedente del separador de fases, caracterizado porque la reunión de la fracción de colas procedente del reabsorbedor con la

MS

407225



parte licuada de la fracción vapor procedente del se-
parador de fases se efectúa porque dicha fracción de
colas es mezclada primero con la totalidad de la frac-
ción vapor procedente del separador de fases, siendo
5 enfriada la corriente reunida así obtenida e introduci-
da luego en un segundo separador de fases, siendo in-
troducida en el reabsorbedor la fase vapor procedente
de dicho segundo separador de fases, siendo la fase lí-
quida procedente del segundo separador de fases la so-
10 lución acuosa de óxido de etileno que puede constituir
el producto final, pero que también, si es necesario
o se desea, puede ser sometida a uno o más tratamientos
posteriores de concentración y/o purificación.

3.- Procedimiento según las reivindicaciones
15 1 ó 2, caracterizado porque la fracción rica en óxido
de etileno, procedente de la primera etapa de separa-
ción, es enfriada a una temperatura comprendida entre
35 y 50°C.

4.- Procedimiento según cualquiera de las
20 reivindicaciones precedentes, caracterizado porque tan-
to la fase vapor como la fase líquida del separador
de fases en que se introduce la fracción, rica en eti-
leno, procedente de la primera etapa de separación, son
sometidas por separado a enfriamiento antes de que di-
25 chas fases vapor y líquida sean introducidas por sepa-

21.10.72

407225



rado en el reabsorbedor.

5 5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque las temperaturas a que se enfrían las fases líquido y vapor procedentes del separador de fases no son menores de 11°C.

6.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque las fases líquida y vapor son enfriadas por separado e independientemente hasta una temperatura comprendida entre 11 y 30°C.

10 7.- Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque las fases líquida y vapor son enfriadas por separado e independientemente hasta una temperatura comprendida entre 14 y 30°C.

15 8.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la fracción de cabeza procedente del reabsorbedor es lavada con agua o con una fracción acuosa que tenga bajo contenido de materiales disueltos.

20 9.- Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el absorbato resultante, que contiene la mayoría del óxido de etileno que estaba presente en la fracción de cabeza procedente del reabsorbedor, es devuelta a la primera etapa de separación del procedimiento.

25 10.- Procedimiento para concentrar y purifi-

21.10.72

MM

497225

28  28 OCT 1972


car una solución acuosa diluida de óxido de etileno.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

5 Esta Memoria consta de sesenta y cuatro hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 28 OCT. 1972

P.A.

Alberto de Alencastro
Por Foucault 

21.10.72/RTA.-


→

407225

2800

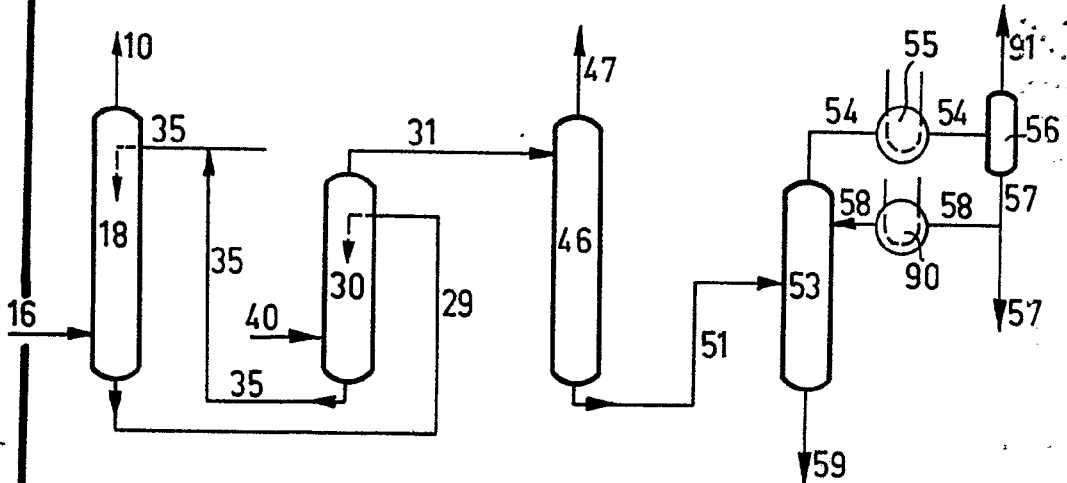


FIG. 1

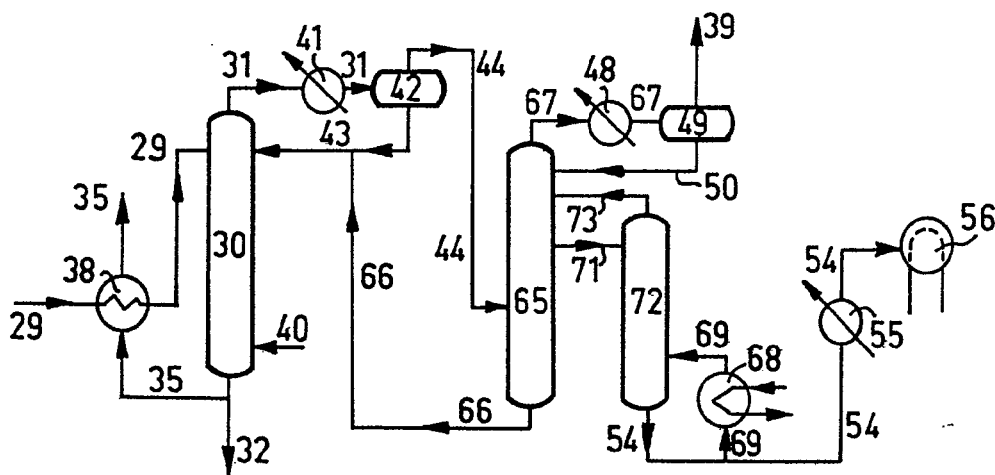


FIG. 2

Alberto G. Eizaguru
Per Foder

407225

28

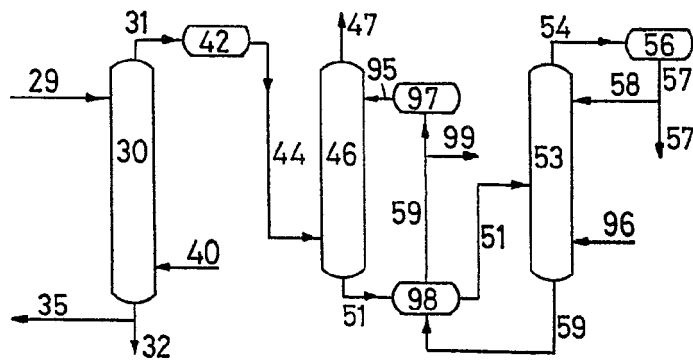


FIG.3

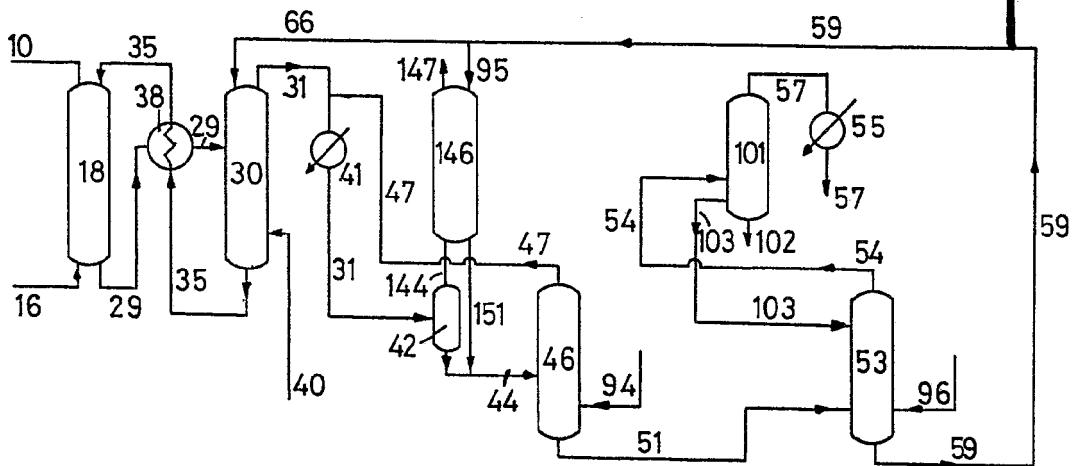


FIG.4

Alfred...
Per...
[Handwritten signature]

467225

151950
28071979

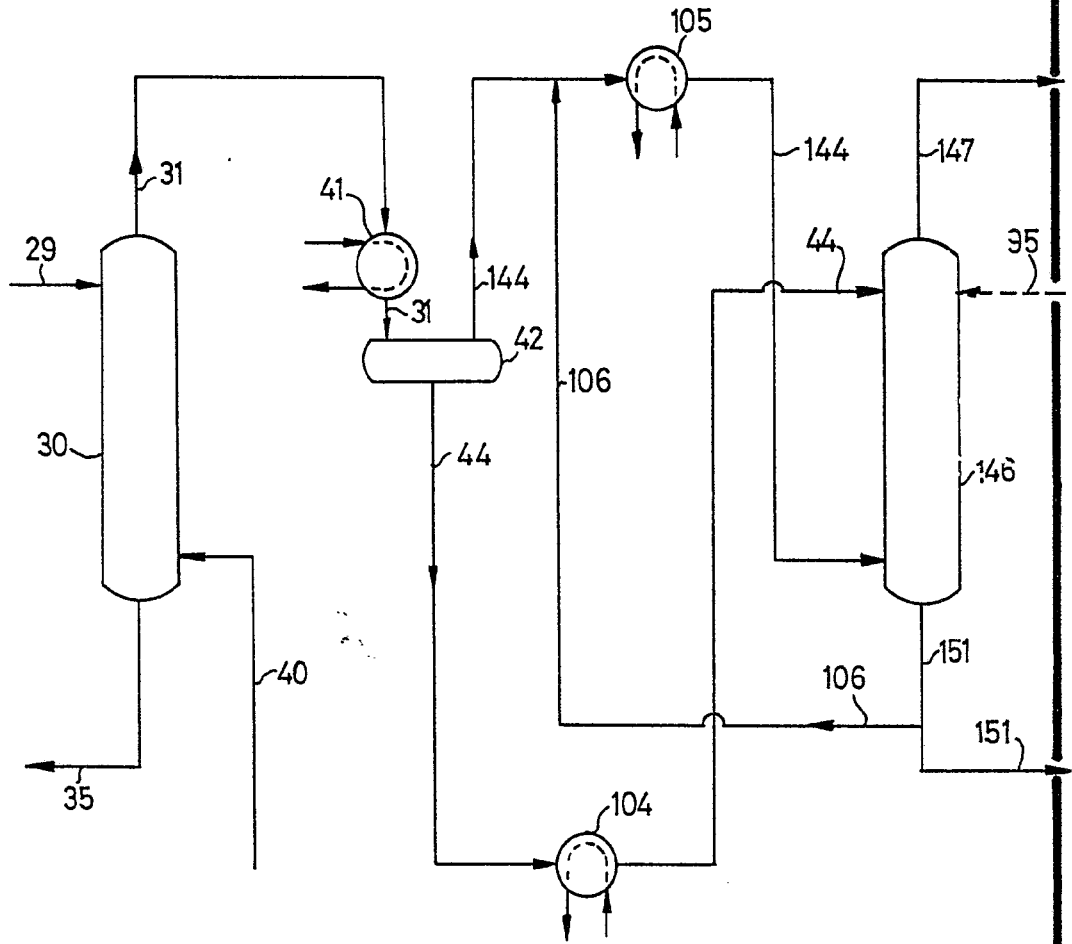


FIG.6

Albertus J. J. van der
P. J. J. van der
For Shell

407225

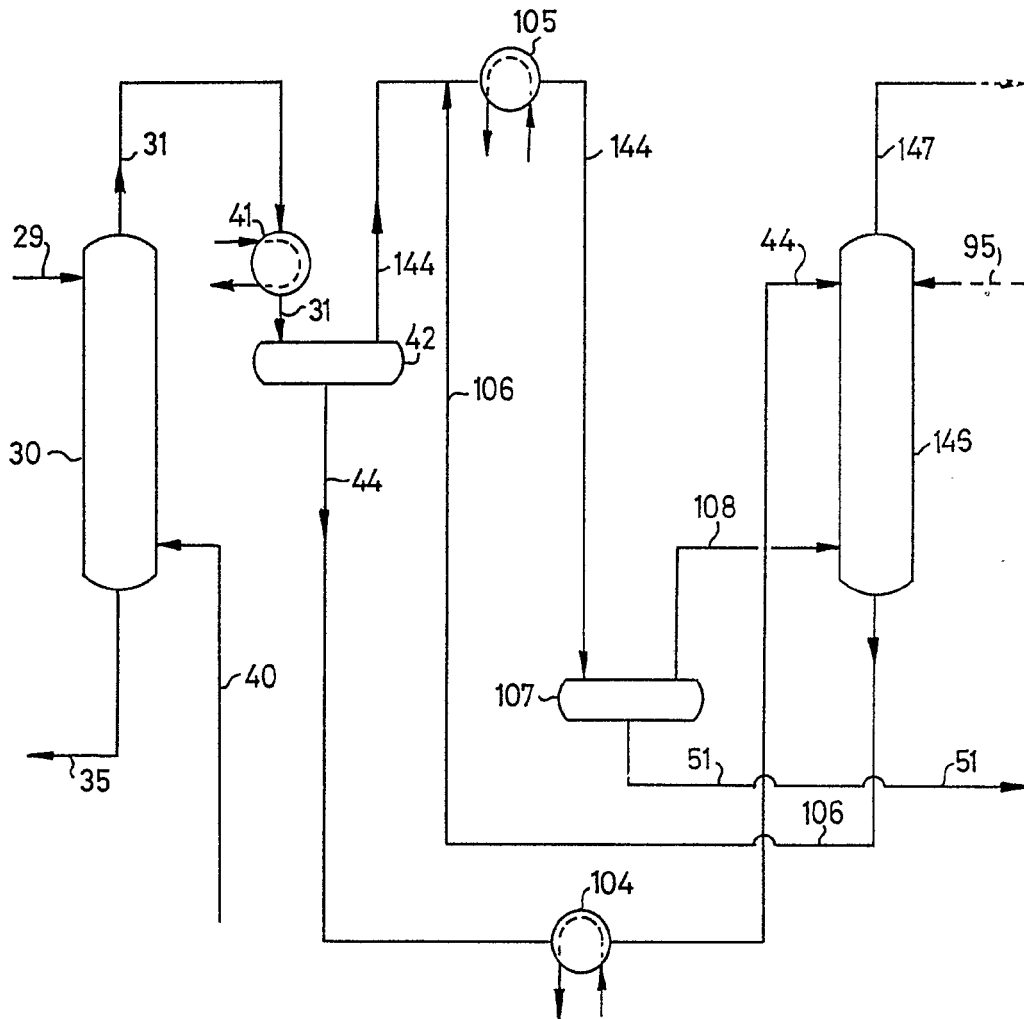


FIG.7

Alberto de Eizaburu
Por Poder