

MINISTERIO DE INDUSTRIA Y ENERGIA

Registro de la Propiedad Industrial



ESPAÑA

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

(19) ES	(11) NUMERO	(10) A1
(21)	477.942	
(23)	FECHA DE PRESENTACION	
	21-2-79	

PATENTE DE INVENCION

(30) PRIORIDADES:	(32) FECHA	(33) PAIS
(31) NUMERO		
879.544	21 de febrero de 1.978	EE.UU. de A.

(47) FECHA DE PUBLICIDAD	(51) CLASIFICACION INTERNACIONAL	(62) PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C	

(64) TITULO DE LA INVENCION

Procedimiento para el tratamiento de soluciones acuosas impuras de óxido de etileno,

(71) SOLICITANTE (S)

HALCON RESEARCH AND DEVELOPMENT CORP.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE

2 Park Avenue, New York, New York 10016, EE.UU. de A.

(72) INVENTOR (ES)

Brian John Ozero, Ing.

(73) TITULAR (ES)

(74) REPRESENTANTE

GOMEZ-ACEBO.

Esta invención se relaciona con la recuperación de óxido de etileno a partir de soluciones acuosas que lo contienen y, más específicamente, se relaciona con un sistema de recuperación mejorado en el cual el óxido de etileno se separa de una solución acuosa impura que contiene impurezas aldehídicas.

El óxido de etileno, de consumo general en el comercio, es preparado por la industria en grandes cantidades oxidando etileno con aire y oxígeno elemental sobre un catalizador adecuado, normalmente un catalizador que contiene plata, a temperatura elevada ( 100-500°C normalmente) y a presión superatmosférica (2 a 25 atmósferas), por ejemplo, mediante el proceso de la patente USA No. 2.775.510.

Las mezclas diluidas de óxido de etileno, obtenidas a partir de éstas reacciones, que pueden efectuarse adecuadamente en reactores de lecho fijo o fluidificado, son lavadas con agua para formar una solución acuosa de óxido de etileno y separar con ello el óxido de etileno del etileno sin reaccionar, oxígeno y otros componentes gaseosos de la mezcla de reacción (por ejemplo, dióxido de carbono). Los materiales gaseosos separados se reciclan generalmente a la etapa de oxidación catalítica. La solución acuosa de óxido de etileno se extrae del absorbedor y se pasa a un separados, por ejemplo, una columna de separación. En el separador, se introduce generalmente vapor de agua, normalmente en contracorriente con la solución de óxido de etileno alimentada al mismo, para separar por cabeza el producto óxido de etileno. Como producto de cola se extrae del separador una corriente acuosa que contiene pequeñas cantidades de formaldehído y óxido de etileno y se recicla al absorbedor para utilizarse en la absorción de más óxido de etileno.

El producto de cabeza de la columna de separa-

ción, conteniendo dióxido de carbono, óxido de etileno, inertes gaseosos y vapor de agua, se enfria para condensar parcialmente el óxido de etileno y el agua allí contenidos, y la mezcla resultante de vapor y líquido se pasa a un reabsorbedor de óxido de etileno, en el cual el vapor de óxido de etileno sin condensar se reabsorbe en agua. Una parte predominante del dióxido de carbono y de los inertes gaseosos que permanecen sin absorber, se separan facilmente como una corriente gaseosa de cabeza de ésta etapa de reabsorción. De este modo, se obtiene una solución acuosa que contiene al óxido de etileno reabsorbido e impurezas aldehídicas, tales como formaldehído y acetaldehído, así como dióxido de carbono disuelto y otras impurezas gaseosas, y que debe tratarse adicionalmente para proporcionar el óxido de etileno de alta pureza requerido por la industria. En los procedimientos de las patentes USA Nos. 3.165.536, 3.174.262 y 3.964.980, esta corriente acuosa se pasa a una " columna de refino " en la cual el óxido de etileno se recupera por cabeza, extrayéndose un producto de cola acuoso para su recicló al reabsorbedor. En algunos procedimientos (por ejemplo, la patente USA No. 3.904.656), el producto de cabeza de óxido de etileno de la columna de refino se purifica adicionalmente en una segunda columna de destilación para separar cualquier dióxido de carbono restante como producto de cabeza, y obteniéndose un producto de cola de óxido de etileno que se pasa a una tercera columna de destilación en donde se recupera, por cabeza, producto de óxido de etileno purificado.

Si bien los métodos anteriores producen un óxido de etileno que está sustancialmente libre de agua, dióxido de carbono y gases inertes disueltos, estos métodos no han tratado economicamente con las bajas concentraciones de impurezas aldehídicas, tales como formaldehído y acetaldehído, que están

presentes en el óxido de etileno a. purificar.

Por ejemplo, mientras que la técnica anterior  
aseparado normalmente el formaldehído como un producto de ca-  
beza en la etapa de purificación después de la reabsorción del  
5 óxido de etileno de la columna de separación, la realización de  
este método tiene diversas desventajas. Si la concentración de  
formaldehído en el producto de cabeza es elevada, se puede for-  
mar una fase sólida de paraformaldehído en el sistema de cabe-  
za de la columna lo cual se puede traducir en el bloqueo y en  
10 una operación errónea, pudiendo requerir posiblemente la in-  
terrupción y limpieza del sistema. Véase, por ejemplo,  
J. Frederic Walker, Formaldehyde, pags. 140-163 (3ª Ed. Reinhold  
Publishing Corp.). Por otro lado, si el producto de cabeza con-  
tiene una baja concentración de formaldehído, la cantidad rela-  
15 tiva de óxido de etileno existente en el mismo es excesiva lo  
cual se traduce en una pérdida de rendimiento de material puri-  
ficado deseado.

Aunque la patente USA No. 3.418.338 ofrece un  
procedimiento que proporciona una separación más eficaz del  
20 formaldehído, la desventaja de la presencia del acetaldehído  
no es completamente resuelta por este proceso y desde un punto  
de vista económico sería ventajoso la separación de éstas impu-  
rezas aldehídicas para proporcionar una corriente de óxido de  
etileno más puro sin el empleo de condensación y ulterior des-  
25 tilación requeridas por este proceso.

De acuerdo con ésta invención, se proporciona  
un procedimiento para el tratamiento de soluciones acuosas im-  
puras de óxido de etileno que contienen como impureza al menos  
un aldehído elegido entre formaldehído y acetaldehído, para pro-  
30 porcionar óxido de etileno sustancialmente libre de dichas im-

purezas aldehídicas, cuyo procedimiento comprende:

5 (a) pasar la solución impura como una corriente de alimentación a una zona de destilación en contracorriente de etapas múltiples que tiene dispuesta dentro de la misma, en orden ascendente, por encima de dicha corriente de alimentación, las siguientes regiones de fraccionamiento:

(1) una primera región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido;

(2) una segunda región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido;

10 (3) una tercera región de fraccionamiento de al menos cinco platos teóricos de contacto vapor-líquido; y

(4) una cuarta región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido ;  
15 teniendo dicha zona de destilación en contracorriente, de etapas múltiples, dentro de la misma y debajo de dicha corriente de alimentación, una quinta región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido; teniendo cada una de las regiones de fraccionamiento medios para proporcionar un  
20 contacto en contracorriente ente el líquido de flujo descendente y el vapor de flujo ascendente;

(b) introducir vapor de separación a dicha zona de destilación por debajo de la quinta región de fraccionamiento;

(c) extraer de la zona de destilación, y como una primera corriente lateral, al menos una porción del líquido de  
25 flujo descendente de la tercera región de fraccionamiento, comprendiendo la primera corriente lateral una corriente de óxido de etileno rica en acetaldehido;

(d) extraer de la zona de destilación, como una segunda corriente lateral, al menos una porción del líquido de

flujo descendente de la cuarta región de fraccionamiento, comprendiendo la segunda corriente lateral óxido de etileno sustancialmente libre de impurezas aldehídicas;

(e) extraer vapor conteniendo formaldehído de la zona de destilación, por encima de la cuarta región de fraccionamiento, condensar al menos una porción del vapor extraído y reciclar al menos una porción del condensado así obtenido como reflujo líquido a la zona de destilación por encima de la cuarta región de fraccionamiento; siendo reciclado el condensado como reflujo a la zona de destilación en una cantidad suficiente para proporcionar una relación de reflujo líquido interno de al menos 1,35:1 aproximadamente, tal y como se define por la expresión:

$$R = \frac{L}{P + F}$$

en donde R es la relación de reflujo líquida interna, L son los moles por hora de líquido deflujo descendente a la tercera región de fraccionamiento desde la cuarta región de fraccionamiento, P son los moles por hora de líquido extraído como segunda corriente lateral y F son los moles por hora de vapor extraído no reciclado como condensado a la zona de destilación; siendo extraída la porción de condensado no reciclado como corriente de óxido de etileno rica en formaldehído; y

(f) extraer de la zona de destilación un producto líquido de cola que comprende una solución acuosa sustancialmente libre de óxido de etileno.

Preferiblemente, al menos una porción del líquido de flujo descendente de la segunda región de fracciona-

miento se extrae de la zona de destilación como una tercera corriente lateral y se trata para vaporizar al menos una porción de la tercera corriente lateral. El vapor de corriente lateral así producido se vuelve a introducir entonces en la zona de destilación entre la quinta y la segunda región de fraccionamiento; comprendiendo la cantidad de calor introducido a la zona de destilación con dicho vapor de corriente lateral, al menos el 5 % del calor de separación total suministrado a las zonas de destilación.

El procedimiento de esta invención ha resultado ser sorprendentemente rápido y eficaz en la separación de dichas impurezas aldehídicas, al mismo tiempo que lleva a cabo un ahorro sustancial en los costes de equipos auxiliares (por ejemplo, de calentamiento y enfriamiento), así como un ahorro en los gastos de instalación capital.

La figura 1 es una ilustración esquemática de un procedimiento típico de la técnica anterior para recuperar óxido de etileno de alta pureza, que incluye auxiliares para la separación de impurezas aldehídicas de las corrientes de óxido de etileno.

La figura 2 es una ilustración esquemática del proceso global de esta invención para recuperar óxido de etileno, incorporando el método mejorado.

La figura 3 es una ilustración esquemática de una modalidad del proceso de esta invención que particulariza la columna de separación de aldehído (50) mostrada esquemáticamente en la figura 2.

La figura 4 es una ilustración esquemática de una segunda y tercera modalidad del proceso de esta invención,

que utiliza calderines 59 y 69, estando calentados estos últimos por medio de una porción del producto de cola extraído de la columna 50.

5 La figura 5 es una ilustración esquemática de una tercera modalidad del proceso de esta invención, en la cual la columna (50) de la figura 4 se divide en dos columnas separadas (205 y 206).

10 La figura 6 es una ilustración esquemática de una cuarta modalidad del proceso de esta invención, en la cual se utiliza una columna de separación de corriente lateral (212) en combinación con la columna de separación de aldehído (210) para separar más acetaldehído.

15 La figura 7 es una ilustración esquemática de una quinta modalidad del proceso de esta invención, en la cual se modifica la segunda columna de destilación de la figura 5 para incorporar una región de concentración de acetaldehído (285) por debajo de la alimentación a la columna.

20 La figura 8 es una ilustración esquemática de una sexta modalidad del proceso global de la invención, en donde el proceso de la figura 2 se modifica para permitir la alimentación directa de reabsorbato a la columna de separación de aldehído (850), la cual se proporciona con una columna de separación de corriente lateral (264) para la separación de dióxido de carbono.

25 La figura 9 es una ilustración esquemática de una séptima modalidad del proceso de esta invención, en donde las columnas de separación de aldehído de la figura 7 vienen complementadas por la adición de una columna de separación de corriente lateral (324) para la separación de dióxido de carbono.  
30

Podrá conseguirse una mejor comprensión de esta invención haciendo referencia a los dibujos, en donde los números iguales se refieren al mismo o similar elemento. Con referencia primeramente a la figura 1, se ilustra un proceso típico de la técnica anterior en donde una corriente de vapor de óxido de etileno, que contiene dióxido de carbono y de impurezas aldehídicas, se pasa por el conducto 12 desde un separador (no mostrado) a la porción inferior del reabsorbedor 10 en donde se pone en contacto, en contracorriente, con una corriente acuosa que se introduce a la porción superior del reabsorbedor 10 por el conducto 17. Los gases no absorbidos, tal como dióxido de carbono, son ventilados del reabsorbedor 10 por el conducto 14 y el producto de cola, que comprende una solución acuosa de óxido de etileno reabsorbido, conteniendo impurezas, y denominado de aquí en adelante "reabsorbato", se extrae del reabsorbedor 10 por el conducto 16 a la columna de refino 20 en donde el óxido de etileno se vaporiza y recupera como producto de cabeza (denominado a continuación " producto de cabeza de la columna de refino") por el conducto 26. De la columna de refino 20 se extraen, por el conducto 22, un producto de cola acuoso que generalmente está prácticamente libre de óxido de etileno y se recicla por el conducto 17 al reabsorbedor 10, siendo extraída una porción del producto de cola reciclado por el conducto 28 para purgar, formaldehído y etilenglicol el cual, por ejemplo, se forma por hidrólisis de óxido de etileno en la columna de refino 20.

El producto de cabeza de la columna de refino se pasa por el conducto 26 a la columna de separación de dióxido de carbono 30 en donde los gases absorbidos residuales del producto de cabeza de la columna de refino se vaporizan y extraen

por el conducto 18 para su recicló al reabsorbedor 10. Los vapores extraídos por el conducto 18 son principalmente óxido de etileno y dióxido de carbono, pero pueden estar también presentes otros gases tales como  $N_2$ , Ar,  $CH_4$ ,  $CH_2CH_2$  y  $CH_3CH_3$ . El producto de cola extraído de la columna 30 por el conducto 32 comprende una solución de óxido de etileno en bruto sustancialmente libre de agua y dióxido de carbono y se pasan a la columna de purificación 40 para la recuperación de óxido de etileno purificado. De la columna 40 se extrae, por el conducto 42, un producto de cabeza que contiene óxido de etileno, extrayéndose por el conducto 44 de dicha columna 40 un producto de cola que contiene acetaldehído.

Ejemplos de condiciones para el proceso de la figura 1 se ofrecen en la patente USA No. 3.904.656.

En la realización del proceso de la figura 1, el producto de cabeza de óxido de etileno separado por el conducto 42 contendrá generalmente más de 10 ppm de formaldehído. Puesto que esta cantidad es demasiado alta para ciertas finalidades, el contenido en formaldehído debe disminuirse por purificación adicional, por ejemplo, mediante el empleo del método de la patente USA No. 3.418.338, la cual se ha referenciado anteriormente.

sin embargo, se ha descubierto sorprendentemente que de acuerdo con el proceso de esta invención se evita la necesidad de emplear dichos métodos de purificación adicional, pudiéndose obtener un óxido de etileno refinado sustancialmente libre de impurezas aldehídicas, sin contener más de 10 ppm aproximadamente de impurezas aldehídicas. De este modo, el proceso de la figura 1 se modifica de acuerdo con esta invención tal y como se ofrece en las figuras 2 a 7.

Según una modalidad del proceso de esta invención, como se muestra en la figura 2, el proceso de la figura 1 se modifica para emplear una nueva columna de destilación de platos múltiples para la separación de impurezas aldehídicas y para obtener, como corriente lateral, una corriente de óxido de etileno que contiene las concentraciones bajas deseadas de impurezas aldehídicas.

En el proceso de la figura 2, la mezcla de vapor y líquido que contiene óxido de etileno, dióxido de carbono, inertes gaseosos, agua o impurezas aldehídicas, que se obtiene de un separador convencional (no mostrado) se alimenta al reabsorbedor 10 por el conducto 12 en donde se pone en contacto en contracorriente con un medio acuoso introducido a la columna 10 por el conducto 19, para absorber óxido de etileno, obteniéndose así un reabsorbato que se extrae por el conducto 13. Los gases sin absorber, incluyendo dióxido de carbono, se extraen de la porción superior de la columna 10 por el conducto 14. Los productos de cola extraídos de la columna 10 por el conducto 13 se pasan a la porción superior de la columna de separación de dióxido de carbono 30 en donde el líquido se pone en contacto, en contracorriente, con fluido de separación tal como vapor de agua (u otro fluido, tal como nitrógeno), para vaporizar los gases absorbidos, incluyendo dióxido de carbono, los cuales se separan de la porción superior de la columna 30 y se reciclan a la columna 10 por el conducto 11 para la absorción de cualquier óxido de etileno residual que permanezca en estos gases. Los gases sin absorber, tal como dióxido de carbono, que pasan a la columna 10 por el conducto 11, se extraen de la misma por el conducto 14. Opcionalmente, tal y como cuando el contenido en óxido de etileno de los gases que pasan

desde la porción superior de la columna 30, es suficientemente bajo (por ejemplo, mediante el empleo de una etapa de lavado con agua, no mostrada), los gases del conducto 18 pueden ventilarse directamente. El producto de cola extraído por el conducto 32 de la columna 30 comprende una solución acuosa impura de óxido de etileno la cual se introduce entonces como alimentación a la columna 50 para la separación de la misma de agua e impurezas aldehídicas, tal y como se describirá más detalladamente a continuación. Como se muestra, una porción del producto de cola acuoso extraído de la columna 50 por el conducto 56 puede reciclarse por los conductos 4 y 19 a la columna 10 para la absorción de más óxido de etileno. Como en la figura 1, se toma una purga (por el conducto 29) del producto de cola reciclado con el fin de separar agua y formaldehído presentes en la alimentación al reabsorbedor 10 y glicol formado en el procesado anterior. Si bien no es crítico para la presente invención, la cantidad de dicha purga oscilará generalmente entre 0,1 y 25 % en peso aproximadamente, normalmente entre 1 y 10 % en peso, del producto de cola pasado a la línea 4. La operación de la columna de separación de dióxido de carbono 30 en el proceso mostrado en la figura 2, es totalmente convencional y, por tanto, no es necesario una descripción detallada de la misma para entender perfectamente el proceso de esta invención. De este modo, la columna 30, por ejemplo, puede comprender cualquier columna de destilación adecuadamente configurada, bien de lecho relleno o bien dotada con platos de destilación, y en general poseerá de 1 a 20, más normalmente de 5 a 10, como mínimo, platos teóricos de contacto vapor-líquido y en general utilizará una temperatura de cola de 20 a 100°C aproximadamente y más normalmente de 50 a 70°C aproximadamente y una presión de

cabeza de 0,28 a 2,1 kg/cm<sup>2</sup> absolutos, normalmente de 1,05 a 1,4 kg/cm<sup>2</sup> absolutos, aproximadamente.

Con referencia a las figuras 2 y 3, la solución acuosa impura de óxido de etileno, que contiene impurezas aldehídicas, se pasa por el conducto 32 a una columna de destilación de etapas múltiples, indicada generalmente en 50, que consiste en la columna de separación de aldehidos de esta invención. La composición de la solución acuosa impura de óxido de etileno tratada por la presente invención, para la separación de impurezas aldehídicas de la misma, puede variar ampliamente. En general, sin embargo, el líquido impuro contendrá, aproximadamente, de 2 a 25 % en peso, normalmente de 8 a 12 % en peso, de óxido de etileno; de 75 a 98 % en peso, normalmente de 88 a 92 % en peso, de agua; y de 0,001 a 0,2 % en peso, normalmente de 0,005 a 0,02 % en peso, de "impurezas aldehídicas", cuyo término será explicado más abajo. El líquido impuro contendrá también generalmente hasta 500 ppm en peso aproximadamente, normalmente hasta unas 250 ppm en peso, de dióxido de carbono disuelto (basado en el contenido en óxido de etileno del líquido impuro). La relación molar de agua a óxido de etileno en el líquido impuro será generalmente de 5:1 a 50:1 aproximadamente, con preferencia de 10:1 a 30:1 aproximadamente y más preferiblemente de 15:1 a 25:1 aproximadamente.

El término "impurezas aldehídicas" tal y como aquí se utiliza se refiere a un elemento del grupo consistente en formaldehido, acetaldehido y mezclas de los anteriores. En el caso de mezclas de impurezas aldehídicas, las cantidades relativas de dichas impurezas no son críticas para la presente invención. Normalmente, la solución acuosa impura de óxido de etileno contendrá hasta 0,1 % en peso, normalmente de 0,005 a

a 0,05 % en peso, de formaldehído, y de 0,001 a 0,1 % en peso, normalmente de 0,002 a 0,05 % en peso aproximadamente, de acetaldehído. Sin embargo, las soluciones impuras de óxido de etileno que contiene formaldehído y acetaldehído en cantidades fuera de las gamas anteriores, pueden tratarse igualmente por la presente invención.

La solución acuosa impura de óxido de etileno se introduce a la columna de separación de aldehído 50 por vía del elemento distribuidor 77, el cual puede comprender cualquiera de las cabezas distribuidoras de líquido convencionales normalmente utilizadas con tales líquidos. La columna 50 está dotada con las siguientes regiones de fraccionamiento, que están situadas en orden ascendente por encima del conducto 32: La primera región de fraccionamiento 78, al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido, teniendo preferiblemente de 1 a 20 y más preferiblemente de 2 a 10 platos teóricos de contacto vapor-líquido; una segunda región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido, teniendo preferiblemente de 1 a 15 y más preferiblemente de 2 a 6 platos teóricos de contacto vapor-líquido; una tercera región de fraccionamiento 82 de al menos 5 platos teóricos de contacto vapor-líquido, teniendo preferiblemente de 10 a 60 y más preferiblemente de 15 a 50 platos teóricos de contacto vapor-líquido; y una cuarta región de fraccionamiento 84 de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido, teniendo preferiblemente de 1 a 20 y más preferiblemente de 2 a 10 platos teóricos de contacto vapor-líquido. Dentro de la columna 50, por debajo del conducto 32, se proporciona una quinta región de fraccionamiento 76, que tiene al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido, teniendo preferiblemente de 1 a 20 y más preferible-

mente de 3 a 12 platos teóricos de contacto vapor-líquido. Más preferiblemente, la primera región de fraccionamiento 78 tiene de 4 a 7 platos teóricos de contacto vapor-líquido, la segunda región de fraccionamiento 80 tiene de 2 a 4 platos teóricos de contacto vapor-líquido, la tercera región de fraccionamiento 82 tiene de 25 a 40 platos teóricos de contacto vapor-líquido, la cuarta región de fraccionamiento 84 tiene de 2 a 5 platos teóricos de contacto vapor-líquido y la quinta región de fraccionamiento 76 tiene de 4 a 8 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

Los platos de contacto vapor-líquido de la columna 50 pueden comprender cualquiera de los platos de destilación convencionales adaptados para el contacto vapor-líquido en contracorriente, incluyendo los platos tamices, platos de campana, platos de válvula, platos de tunel y similares. En adición, una o más de las diversas regiones de fraccionamiento dentro de la columna 50, pueden comprender rellenos que son sustancialmente inertes a los componentes del vapor y líquido contenidos en la columna. Por consiguiente, rellenos adecuados incluyen sillas de montar Berle, anillos Raschig, sillas de montar Intalox y similares. Ambas secciones de platos de destilación y de relleno pueden emplearse dentro de la misma columna.

En el funcionamiento de la columna 50, los vapores ascendentes y los líquidos descendentes se ponen en contacto en contracorriente dentro de cada región de fraccionamiento. La alimentación líquida, que con preferencia se introduce a la columna 50 de forma practicamente uniforme a través del diámetro de la columna, es al menos parcialmente vaporizada en la misma. El líquido que se recoge en la porción inferior de la columna 50 se extrae como producto de cola por el conducto 56 y comprende

una solución acuosa que contiene generalmente menos de 0,1 % en peso aproximadamente y con preferencia menos de 0,01 % en peso aproximadamente de óxido de etileno; generalmente menos de 0,1% en peso aproximadamente de formaldehído; generalmente menos de 5 0,001 % en peso aproximadamente de acetaldehído; y generalmente de 0,5 a 20 % en peso aproximadamente, con preferencia de 1 a 5% en peso aproximadamente, de etilenglicol; y más preferiblemente está sustancialmente libre de óxido de etileno, es decir, contiene menos de 0,001 % en peso aproximadamente de óxido de etileno. Sin embargo, la composición exacta puede variar ampliamente; 10 por ejemplo, también puede obtenerse un producto de cola acuoso que contiene etilenglicol en mayor o menor concentración.

El vapor de separación, que puede comprender vapor de agua u otro medio de calentamiento inerte adecuado, se introduce por el conducto 58 a la columna 50 por debajo de la quinta 15 región de fraccionamiento 76. Preferiblemente, una porción del producto de cola extraído se recicla por el conducto 58 y calderín 59 a la columna 50, para proporcionar el necesario vapor de separación para el funcionamiento de la columna. La porción del 20 producto de cola que no se recicla de este modo se pasa al conducto 66 y, después del enfriamiento, puede pasarse convenientemente a un reabsorbedor (por ejemplo, a la columna 10 por los conductos 4 y 19 de la figura 2) para la absorción de cantidades adicionales de óxido de etileno.

Igualmente, el vapor de separación se introduce preferiblemente a la columna 50 entre la primera región de fraccionamiento 78 y la segunda fracción de fraccionamiento 80. Este vapor de separación de corriente lateral se proporciona preferiblemente extrayendo al menos una porción del líquido que descien 30 de de la segunda región de fraccionamiento 80 y pasando el líquu

do extraído por el conducto 60 al intercambiador de calor de corriente lateral 69 en donde se calienta el líquido de corriente lateral extraído (por ejemplo, mediante el uso de una porción del producto de cola, como se muestra en la figura 4) para vaporizar al menos una porción del líquido extraído. El vapor y líquido resultantes se reintroducen entonces a la columna 50 por el conducto 62 y elemento distribuidor 92. Sin embargo, puede pasarse también vapor de agua u otro medio de calentamiento inerte adecuado a la columna 50 por el conducto 62, para proporcionar el vapor de separación de corriente lateral.

Cuando se utiliza vapor de separación de corriente lateral, es preferible que la cantidad de calor introducido a la columna 50 por medio de dicho vapor en el conducto 62, sea de al menos un 5 %, con preferencia de un 10 a un 70 % y más preferiblemente de un 25 a un 50%, del calor de separación total suministrado a la columna 50. El término "calor de separación total" quiere dar a entender aquí la suma de los calores sensible y latente introducidos a la columna 50 por los conductos 58 y 62. Si bien se introduce también algo de calor a la columna 50 por vía de la alimentación (conducto 32) y reflujo líquido (conducto 81), estas corrientes no han de ser consideradas en la determinación del "calor de separación total" de acuerdo con la definición anteriormente dada.

La temperatura del líquido y vapor calentados, introducidos a la columna 50 por el conducto 62, es normalmente de 40 a 80°C aproximadamente y con preferencia de unos 50-60°C. Similarmente, la temperatura del fluido introducido a la columna 50 por el conducto 58 es normalmente de unos 130-160°C y con preferencia de unos 140 a 150°C. Sin embargo, pueden utilizarse también mayores o menores temperaturas en los conductos 58 a 62 y

la temperatura particular elegida dependerá de diversos factores evidentes para los expertos en esta materia, incluyendo la composición del líquido, presión de la columna y otros factores.

Una porción del líquido que desciende de la ter  
5 cera región de fraccionamiento 82 se extrae de la columna 50  
por el conducto 83 y comprende una corriente de óxido de etileno  
rica en acetaldehído. Si bien la composición de esta corriente  
variará ampliamente, en función de factores tales como contenido  
10 en acetaldehído en la alimentación impura de óxido de etileno  
introducida a la columna 50 por el conducto 32, las condiciones  
de presión y temperatura empleadas en la columna 50 y otros fac  
tores, en general contendrá al menos un 88% en peso y con prefe  
rendia al menos un 95 % en peso de óxido de etileno; generalmen  
te de 0,05 a 2 % en peso aproximadamente, normalmente de 0,3 a  
15 1 % en peso aproximadamente de agua; y generalmente de 0,1 a  
10 % en peso aproximadamente, normalmente de 0,2 a 2 % en peso  
aproximadamente de acetaldehído; y en general está practicamente  
libre de formaldehído, conteniendo normalmente menos de 0,005 %  
en peso aproximadamente de formaldehído. Esta corriente de óxido  
20 de etileno rica en acetaldehído puede tratarse por técnicas con  
vencionales para recuperar más óxido de etileno, o bien puede  
alimentarse a un proceso en el cual puede tolerarse el conteni  
do en acetaldehído de la corriente de óxido de etileno, por ejem  
plo, en la hidrólisis de óxido de etileno a etilenglicol por el  
25 proceso descrito en la Patente USA No. 3.904.656.

Una porción del líquido que desciende de la  
cuarta región de fraccionamiento 84 se extrae de la columna 50  
por el conducto 85 y comprende el producto deseado de óxido de  
etileno conteniendo las bajas concentraciones deseadas de agua  
30 e impurezas aldehídicas. Si bien la composición exacta de este

producto de óxido de etileno variará también en función de factores tales como las condiciones de temperatura y presión en la columna 50, número de platos de contacto vapor-líquido empleados, pureza deseada del producto de óxido de etileno y otros factores, la corriente de producto de óxido de etileno extraída por el conducto 85 estará sustancialmente libre de impurezas aldehídicas y de agua y, en general, contendrá menos de unas 20 ppm, normalmente menos de unas 5 ppm de formaldehído; generalmente menos de unas 50 ppm, normalmente menos de unas 5 ppm de acetaldehído; y generalmente menos de unas 300 ppm, normalmente menos de unas 100 ppm de agua.

Los vapores son extraídos de la porción superior de la columna 50 por el conducto 54 y pasados al condensador 89, el cual comprende preferiblemente un condensador parcial. El efluente del condensador 89 se pasa a un separador vapor-líquido 52, del cual se extrae el líquido por el conducto 86. Una porción de este líquido, que comprende una corriente conteniendo formaldehído, rica en óxido de etileno, se recicla por el conducto 81 y elemento distribuidor 93 a la columna 50 por encima de la cuarta región de fraccionamiento 84 como refluo líquido. El condensado restante se extrae por el conducto 87 y comprende la corriente de óxido de etileno rica en formaldehído. Si bien la composición exacta del líquido extraído por el conducto 87 puede variar ampliamente, el líquido contendrá en general al menos un 99,5 % en peso de óxido de etileno; y generalmente de 0,005 a 0,05 % en peso aproximadamente, normalmente de 0,1 a 0,3 % en peso aproximadamente de formaldehído. Este líquido estará generalmente practicamente libre de acetaldehído, conteniendo en general menos de unas 50 ppm de acetaldehído y también estará practicamente libre de agua, conteniendo normalmente menos de unas 300 ppm

de agua. El contenido en óxido de etileno de esta corriente rica en formaldehído puede variar ampliamente, como antes se ha indicado, pero en general comprenderá hasta un 25 % en peso, con preferencia hasta un 15 % en peso y más preferiblemente hasta un 10 % en peso de la alimentación de óxido de etileno a la columna 50 por vía de la alimentación de óxido de etileno impuro introducida a través del conducto 32.

La cantidad de condensado reciclado como reflujo a la columna 50 por el conducto 81, la cantidad del líquido extraído como corriente rica en formaldehído por el conducto 87 y la cantidad de corriente de producto de óxido de etileno extraída por el conducto 85, pueden variar ampliamente. Sin embargo, y para lograr la operación más eficaz, la relación de reflujo líquido interna para la columna 50 será de al menos 1,35:1 aproximadamente y con preferencia de 1,35:1 a 10:1 aproximadamente, más preferiblemente de 3,5:1 a 7,5:1 aproximadamente y más preferiblemente de 4:1 a 6:1 aproximadamente, en donde la relación de reflujo de líquido interna se define por la siguiente expresión:

$$R = \frac{L}{P + F} \quad (I)$$

en donde R es la relación de reflujo líquido interna, L son los moles por hora de líquido que desciende de la cuarta región de fraccionamiento (es decir, la zona 84 en la figura 2) que no es extraído como la corriente de producto de óxido de etileno (es decir, no extraído por el conducto 85 en la modalidad de la figura 2), P son los moles por hora de líquido extraído como corriente producto de óxido de etileno (es decir, por el conducto 85 en la figura 2) y F son los moles por hora de líquido extraído como corriente rica en formaldehído (es decir, por el conducto 87 en la figura 2).

Los moles por hora de corrientes de vapor y líquido anteriormente indicados con respecto a la expresión (I), pueden determinarse empleando técnicas convencionales, pudiéndose controlar también por medios convencionales las velocidades de flujo en las diversas corrientes, para conseguir la relación de reflujo interna de líquido deseada, tal como situando válvulas de control de flujo adecuadas en los conductos 81 y 87, pero para lograr un total entendimiento de la presente invención no es necesario exponer aquí dichas técnicas de medida y métodos de control de flujos.

Teniendo en cuenta las cantidades adicionales de formaldehído y/o acetaldehído que pueden tolerarse en el óxido de etileno producido por este proceso, se puede mezclar una porción de la corriente rica en formaldehído o de la corriente rica en acetaldehído, o ambas, con la corriente producto de óxido de etileno, para obtener un líquido conteniendo óxido de etileno que tiene un contenido en formaldehído y acetaldehído no superior a las concentraciones máximas deseadas de estas impurezas. Alternativamente, las corrientes ricas en formaldehído y acetaldehído extraídos por los conductos 87 y 83, respectivamente, pueden tratarse adicionalmente para separar de las mismas el formaldehído y/o acetaldehído (por ejemplo, por destilación extractiva empleando el método de la patente USA No. 3.418.338 para la separación del formaldehído y destilación para la separación de acetaldehído) o pueden utilizarse directamente como alimentación a un proceso en el cual pueden tolerarse las impurezas de formaldehído y acetaldehído, tal como, por ejemplo, en la producción de etilenglicol por hidrólisis del contenido en óxido de etileno de estas corrientes purgadas. Preferiblemente, sin embargo, se pasa al menos

una porción de la corriente de óxido de etileno rica en formaldehído del conducto 87 al conducto 32, por el conducto 88, y con ello se recicla a la columna de separación de aldehído 50 para absorber cantidades adicionales de formaldehído en la zona 76 para su separación por el conducto 56, y para maximizar la cantidad de producto de óxido de etileno extraído por el conducto 85. Si se desea, por el conducto 88 puede reciclarse hasta un 100 % de la corriente rica en formaldehído del conducto 87.

Los vapores formados en el separados 52 pueden extraerse del mismo por el conducto 90 y con preferencia se reciclan al conducto de alimentación 12 del reabsorbedor 10, para evitar la acumulación en la columna 50 de dióxido de carbono y otros gases inertes introducidos a la columna 50 por conducto 32.

Alternativamente, o adicionalmente, una porción o la totalidad de la corriente de óxido de etileno rica en formaldehído del conducto 88 puede combinarse con los vapores del conducto 90 para el reciclaje de dicha corriente mezclada al reabsorbedor.

Si bien la cantidad de líquido en el conducto 87 y de vapores en el conducto 90 puede variar ampliamente, en general el total de la cantidad del líquido pasado al conducto 87 por el conducto 86 y de vapores en el conducto 90, comprenderá de 5 a 20 % aproximadamente y más preferiblemente de 5 a 10 % aproximadamente de la alimentación a la columna 50 por el conducto 32, basado en el contenido en óxido de etileno de la alimentación. Generalmente, los vapores del conducto 90 comprenderán de 25 a 50 % aproximadamente de la cantidad total de líquido y vapor pasada a los conductos 87 y 90.

La cantidad de corriente de formaldehído rica en óxido de etileno, reciclada a la columna 50 ó al reabsorbedor 10, no es crítica para la presente invención, y vendrá determinada por los factores económicos de la recuperación de cantidades adicionales de óxido de etileno a partir de la corriente reciclada.

Las presiones empleadas en la columna 50 pueden variar ampliamente y desde luego dependerán de diversos factores, tales como composición de la alimentación líquida impura, temperaturas seleccionadas para usarse en la columna, grado de separación de impurezas aldehídicas y otros factores, pero en general será de 1,75 a 7 kg/cm<sup>2</sup> relativos aproximadamente, normalmente de 2,45 a 3,5 kg/cm<sup>2</sup> relativos aproximadamente. Sin embargo, pueden utilizarse también presiones mayores o inferiores.

En la figura 4 se ilustra una modalidad preferida del proceso de esta invención en la cual un calderín de corriente lateral 69 se calienta por medio de una porción del producto de cola extraído de la columna 50 por el conducto 56 y pasada al calderín 69 por los conductos 57 y 63. El líquido enfriado extraído del calderín 69 se pasa por el conducto 67 al conducto 66. El producto de cola del conducto 66 se pasa al intercambiador de calor 64 para precalentar la alimentación líquida contenida en el conducto 32, y el producto de cola enfriado, que puede extraerse del intercambiador de calor 64 por el conducto 68, puede entonces, después de un enfriamiento adicional, reciclarse adecuadamente a un reabsorbedor tal y como se ha descrito anteriormente con respecto a la figura 3, para la absorción de cantidades adicionales de óxido de etileno. Las cantidades relativas de producto de cola extraído en el

conducto 56, que se pasan al calderín 59 ó al intercambiador de calor 64, ambas directamente por el conducto 66 ó indirectamente por via del calderín de corriente lateral 69, pueden ser determinadas facilmente por los expertos en la materia y va-  
5 riarán ampliamente en función de factores tales como composición del producto de cola, cantidad de calor a impartir a la columna 50 por los conductos 58 y 62 y factores similares.

Desde luego, si la temperatura necesaria en el calderín de corriente lateral 69 no puede obtenerse porreciclo  
10 del producto de cola extraido como anteriormente se ha indicado, el calderín 69 puede ser aumentado por un segundo intercambiador de calor (no mostrado) para proporcionar la necesaria capacidad de calentamiento en la vaporización de la porción deseada de fluido en el conducto 60, o bien el calderín  
15 69 puede proporcionarse con una fuente adicional de fluido de calentamiento , tal como vapor de agua, por medios adecuados (no mostrados).

Con referencia ahora a la figura 5, en donde los números de identificación vienen precedidos por el número  
20 "5" para la estructura correspondiente a la ofrecida en la modalidad de la figura 4, se ilustra una modalidad del proceso de esta invención en la cual la destilación en contracorriente en etapas múltiples, efectuada en la columna 50 de la figura 4, se lleva a cabo en dos columnas de destilación separadas, es  
25 decir, columnas de separación de aldehidos 205 y 206. En esta modalidad, el líquido impuro de óxido de etileno a tratar se introduce por el conducto 532 a la primera columna de destilación 205, empleando el elemento distribuidor 577. Dentro de la columna 205 se proporciona una zona de destilación superior 578  
30 y una zona de destilación inferior 576. El producto de cabeza

se extrae de la columna 205 por el conducto 201 y se introduce como alimentación en la porción inferior de la columna 206 por vía del elemento distribuidor 203. Una primera porción del producto de cola extraído de la columna 205 por el conducto 556 se recicla preferiblemente por el conducto 566, intercambiador de calor 564 y conducto 568 a un reabsorbedor (por ejemplo, el reabsorbedor 10 del proceso de la figura 2), como anteriormente se ha descrito. Una segunda porción del producto de cola extraído se recicla a la columna 205 por vía del calderín 559, conducto 558 y elemento distribuidor 572 a la porción inferior de la columna 205 por debajo de la zona 576.

La columna 206 está provista, en orden ascendente por encima de la alimentación a la misma, de las zonas de destilación 580, 582 y 584. El producto de cabeza se extrae de la columna 206 por el conducto 554, se condensa en el condensador 589 y el efluente así producido se pasa al separador vapor-líquido 552. Del separador 552 el líquido se extrae por el conducto 586 y una porción del líquido extraído se recicla por los conductos 586 y 581 como reflujó líquido a la porción superior de la columna 206. La porción restante de este líquido se extrae por el conducto 587 y comprende la corriente de óxido de etileno rica en formaldehído. La corriente de producto de óxido de etileno, sustancialmente libre de impurezas aldehídicas, se extrae como una corriente lateral por el conducto 585 a partir de una porción del líquido descendente de la zona 584, como anteriormente se ha descrito para el funcionamiento de la columna 50 en las figuras 2 a 4. Similarmente, la corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído se extrae por el conducto 583 y comprende una porción del líquido que desciende de la zona 582.

Como antes se ha descrito, una porción de la co-

rriente de óxido de etileno rica en formaldehído del conducto 587 puede reciclarse por los conductos 588 y 532 a la columna 205 y los vapores extraídos del separador 552 por el conducto 590 pueden reciclarse a un reabsorbedor (no mostrado).\*

5 El producto líquido de cola se extrae de la columna 206 por el conducto 202 y se recicla en parte por vía del elemento distribuidor 292 a la porción superior de la columna 205 y se hace fluir descendentemente a la zona 578. Una segunda porción del líquido de cola extraído de la columna 206 se recicla a la misma por el conducto 204, calderín 569, conducto 562 y elemento distribuidor 592. El producto de cola así reciclado por la línea 562 introduce preferiblemente a la columna 206 al menos 5 % aproximadamente, más preferiblemente de 10 a 70 % aproximadamente y todavía más preferiblemente de 25 a 50 % aproximadamente del "calor total de separación" suministrado a la columna 205 y 206, es decir, la suma de los calores sensible y latente introducidos por los conductos 558 y 562. Preferiblemente, una porción del líquido de cola extraído de la columna 205 se pasa por el conducto 563 al calderín 569 para proporcionar el calor necesario para poner en funcionamiento la columna 206, extrayéndose el líquido enfriado del calderín 569 del conducto 567 y reciclándose al conducto 566 tal y como se muestra.

15 Como será evidente a partir de lo anterior, la zona de destilación 578 comprende la primera región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido y preferiblemente de 1 a 20 y más preferiblemente de 2 a 10 platos teóricos de contacto vapor-líquido, y la zona de destilación 580 comprende la segunda región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido y con preferencia de 1 a 15 y más preferiblemente de 2 a 6 platos teóricos

de contacto vapor-líquido. Similarmente, la zona de destilación 582 comprende la tercera región de fraccionamiento de al menos cinco platos teóricos de contacto vapor-líquido y preferiblemente de 10 a 6 y más preferiblemente de 15 a 50 platos teóricos de contacto vapor-líquido, y la zona de destilación 584 comprende la cuarta región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido y preferiblemente de 1 a 20 y más preferiblemente de 2 a 10 platos teóricos de contacto vapor-líquido. Por último, la zona de destilación 576 comprende la quinta región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido y preferiblemente de 1 a 20 y más preferiblemente de 3 a 12 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

Al igual que en las modalidades de las figuras 2 a 4, el funcionamiento más eficaz de la modalidad de la figura 5 requiere el empleo de una relación de reflujo interna para la columna 206 de al menos 1,35:1 aproximadamente y preferiblemente de 1,35:1 a 10:1, más preferiblemente de 3,5:1 a 7,5:1 y todavía más preferiblemente de 4:1 a 6:1 aproximadamente, en donde la relación de reflujo líquido interna se define por la expresión anterior (I) tal y como se aplica a las zonas y corrientes similarmente representadas en la modalidad de la figura 5.

Todavía, otra modalidad del proceso de esta invención se muestra en la figura 6, en la cual los números que utilizan el prefijo "6" se refiere a los mismos o similares elementos de las figuras 2 a 4. En esta modalidad, se emplea una columna de separación de corriente lateral 212, tal y como se describe más detalladamente a continuación, para concentrar adicionalmente el contenido en acetaldehído de la corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído. En la figura 6, se introduce

una corriente impura de óxido de etileno que contiene impurezas aldehídicas por el conducto 632 a la columna de destilación 210, empleando el elemento distribuidor 677. Dentro de la columna de separación de aldehído 210 están dispuestas las siguientes zonas de destilación en orden ascendente por encima de la alimentación: la primera zona de destilación 220, la segunda zona de destilación 682 y la tercera zona de destilación 684. Tal y como se describirá más detalladamente a continuación, estas tres zonas de destilación, en combinación con el separador de corriente lateral 212, llevan a cabo las funciones de las zonas de destilación 76, 80, 82 y 84 en el aparato de las figuras 2 a 4.

Por tanto, y en esta modalidad, la zona de destilación 220 corresponde a la primera y segunda región de fraccionamiento 76 y 80 y, por tanto, posee al menos dos platos teóricos de contacto vapor-líquido y preferiblemente de 2 a 35, más preferiblemente de 4 a 16 y más preferiblemente de 6 a 11 platos teóricos de contacto vapor-líquido. Las zonas de destilación 682 y 684, que corresponden a las zonas de destilación 82 y 84 respectivamente en el aparato de las figuras 3 a 4 y que, por tanto, comprenden la tercera y la cuarta región de fraccionamiento, respectivamente, utilizan el número de platos teóricos de contacto vapor-líquido indicado anteriormente para las zonas 82 y 84.

El producto de cabeza de la columna 210 se extrae de la misma por el conducto 654 y se pasa al condensador parcial 689, cuyo efluente se pasa al separador vapor-líquido 652. El líquido separado en el mismo se extrae por el conducto 686 y se recicla en parte como reflujo líquido a la columna 210 por el conducto 681 y elemento distribuidor 693, siendo extraído el resto por el conducto 687 como la corriente rica en formaldehído.

La corriente de producto de óxido de etileno sustancialmente libre de impurezas aldehídicas se extrae de la columna por el conducto 685 y comprende una porción del líquido que desciende desde la zona de destilación 684, como anteriormente se ha descrito.

5

Una porción del líquido que desciende de la zona 682 se extrae por el conducto 214. Este líquido, que comprende la corriente lateral combinada extraída, por ejemplo en la modalidad de las figuras 2-4 por los conductos 60 y 83, se pasa a la porción superior de la columna de destilación de corriente lateral 212 en la cual se proporciona una zona de destilación 218 que comprende una sexta región de fraccionamiento de  $\lambda$  menos un plato teórico de contacto vapor-líquido y preferiblemente de 2 a 50, más preferiblemente de 5 a 30 y más preferiblemente de 10 a 20 platos teóricos de contacto vapor-líquido. El vapor producido en la columna 212 se extrae de la misma por el conducto 216 y se reintroduce a la columna 210 por debajo de la zona 682 por vía del elemento distribuidor 242. El producto líquido de cola producido en la columna 212 se extrae de la misma por el conducto 222, pasándose una porción del mismo al conducto 683 y extrayéndose del sistema como corriente rica en acetaldehído. Una porción del producto de cola extraído puede reciclarse a la columna 212 por el conducto 226 y calderín 293, el cual puede calentarse adecuadamente con una porción del producto de cola de la columna 210, el cual puede pasarse al calderín 293, por ejemplo, por los conductos 657 y 663. El fluido de calentamiento enfriado puede reciclarse por el conducto 667 al conducto 666, como antes se ha descrito.

10

15

20

25

30

En la modalidad de la figura 6, la zona de destilación 676 por debajo de la alimentación a la columna 210 compren-

de la quinta región de fraccionamiento y su funcionamiento es como ya se ha indicado anteriormente. Como anteriormente, una porción del producto de cola extraído de la columna 210 puede reciclarse a la misma por vía de un intercambiador de calor adecuado 659, pasándose preferiblemente el resto del producto de cola bien directamente al intercambiador de calor 224 como antes se ha descrito o bien por el conducto 666 al intercambiador de calor 664 para reciclarse entonces a un reabsorbedor adecuado 10 por el conducto 668.

10 La relación de reflujo líquido interna para lograr la operación más eficaz de la modalidad de la figura 6, es de al menos de 1,35:1 y preferiblemente de 1,35:1 a 10:1, más preferiblemente de 3,5:1 a 7,5:1 y todavía más preferiblemente de 4:1 a 6:1 aproximadamente, en donde esta relación de reflujo líquido interna se define por la expresión anterior (1) con referencia a las correspondientes zonas y corrientes de la modalidad de la figura 6.

20 Similarmente, el líquido y vapor reciclados a la columna 212 por el conducto 226 introduce preferiblemente al menos 5 %, con preferencia 10 a 70 % y más preferiblemente de 25 a 50 % aproximadamente del "calor de separación total" suministrado a las columnas 210 y 212, es decir, la suma de los calores sensible y latente introducidos por los conductos 658 y 216.

25 Si se desea, puede reciclarse una porción de la corriente de óxido de etileno rica en formaldehído del conducto 687 por los conductos 688 y 632 a la columna 210 y una porción de los vapores extraídos del separador 652 por el conducto 690 puede reciclarse a un reabsorbedor (no mostrado), como antes se ha descrito.

30

Como ya se ha indicado, el proceso ilustrado en la figura 6 es particularmente útil cuando, por ejemplo, se desea reducir al mínimo la cantidad de líquido extraído por el conducto 683 como corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído. Cuando se lleva a cabo ésto, bajo condiciones de régimen constante, la velocidad de flujo de la corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído en el conducto 683 es generalmente de 0,1 a 10 % aproximadamente de la velocidad de flujo de la corriente de producto de óxido de etileno que se extrae por el conducto 685. Esto podría compararse a la velocidad de flujo de las corrientes de óxido de etileno ricas en acetaldehído en los conductos 83 (figuras 3 y 4) y 583 (figura 5) que generalmente es de 0,5 a 15 % aproximadamente de la velocidad de flujo de las corrientes de producto de óxido de etileno en los conductos 85 y 585, respectivamente. Naturalmente, en cualquiera de las modalidades anteriores, las velocidades de flujo relativas de las corrientes rica en acetaldehído, rica en formaldehído y de óxido de etileno variarían ampliamente en función del grado de separación de impurezas aldehídicas, pudiéndose determinar fácilmente por expertos en esta materia. De éste modo, pueden emplearse velocidades de flujo relativas de la corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído y de la corriente de producto de óxido de etileno fuera de las gamas anteriormente mencionadas.

A continuación se hace referencia a la figura 7, en donde los números identificativos vienen precedidos por el número "7" para la estructura que corresponde a la mostrada en la modalidad de las figuras 2 a 4. En la figura 7 se ilustra una modalidad de esta invención en la cual la destilación en contracorriente en etapas múltiples efectuada en la columna 50

de las figuras 2 a 4, se realiza en dos columnas de destilación separadas, es decir, las columnas de separación de aldehidos 286 y 287, estando dotada la columna 287 en una zona de destilación 285 que efectua la misma función que la zona de destilación 218 de la figura 6, es decir, efectua una concentración del contenido en acetaldehido de la corriente de óxido de etileno rica en acetaldehido que se extrae por el conducto 783 del proceso. En esta modalidad, el líquido impuro de óxido de etileno a tratar se introduce por el conducto 732 en la primera columna de destilación 286, empleando el elemento distribuidor 777. Dentro de la columna 286 se proporciona una zona de destilación superior 280 y una zona de destilación inferior 776. Los productos de cabeza se extraen de la columna 286 por el conducto 283 y se introducen como alimentación a la segunda columna de destilación 287 por vía del elemento distribuidor 281. Una primera porción del producto de cola extraído de la columna 286 por el conducto 756, se recicla preferiblemente por el conducto 766, intercambiador de calor 764 y conducto 768, a un reabsorbedor (por ejemplo, el reabsorbedor 10 del proceso de la figura 2), como ya se ha descrito anteriormente. Una segunda porción del producto de cola extraído se recicla a la columna 286 por el calderín 759, conducto 758 y elemento distribuidor 772 a la porción inferior de la columna por debajo de la zona 776.

La columna 287 está dotada, en orden ascendente por encima de la alimentación a la misma, con zonas de destilación 782 y 784 y está dotada con la zona de destilación 285 por debajo de la alimentación. El producto de cabeza se extrae de la columna 287 por el conducto 754, se condensa en el condensador 789 y su efluente se pasa al separador vapor-líquido 752. El líquido separado del separador 752 se extrae por el conducto

786 y una porción del líquido extraído se recicla del conducto 781 y elemento distribuidor 793 a la porción superior de la columna 287. La porción restante del líquido extraído se pasa al conducto 787 y comprende la corriente de óxido de etileno rica en formaldehído, de la cual al menos una porción se recicla preferiblemente por los conductos 788 y 732 a la columna de destilación 286, como ya se ha descrito. Los vapores extraídos del separador 752 son reciclados preferiblemente por el conducto 790 a un reabsorbedor (no mostrado), igualmente como ya se ha descrito.

La corriente de producto de óxido de etileno, sustancialmente libre de impurezas aldehídicas, se extrae como una corriente lateral por el conducto 785 a partir de una porción del líquido que desciende de la zona de destilación 784 como ya se ha descrito en la operación de la columna 50 de las figuras 2 a 4.

Una porción del líquido que desciende de la zona de destilación 782 se extrae por el conducto 284 y se pasa por vía del elemento distribuidor 282 como reflujo líquido a la columna 286. El producto líquido de cola producido en la columna 287 se extrae de la misma por el conducto 288 y una porción de dicho producto de cola se pasa al conducto 783 y se extrae del sistema como la corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído. Una porción del producto de cola extraído se recicla a la columna 287 por los calderines 769 y conducto 289, cuyo calderín puede ser calentado adecuadamente con una porción del producto de cola extraído de la columna 286, pasándose entonces al calderín 769, por ejemplo, por el conducto 757 y 763. El fluido de calentamiento enfriado puede reciclarse por el conducto 767 al conducto 766, como antes se ha descrito.

En la modalidad de la figura 7, la zona de destilación 280 corresponde a la zona de destilación 220 de la modalidad de la figura 6 y, por tanto, corresponde también a la primera y segunda región de fraccionamiento 76 y 80 en las modalidades de las figuras 3 y 4. Por tanto, la zona de destilación 280 posee al menos dos platos teóricos de contacto vapor-líquido y preferiblemente de 2 a 35, más preferiblemente de 4 a 16 y más preferiblemente de 6 a 11 platos teóricos de contacto vapor-líquido. Las zonas de destilación 782 y 784, que corresponden a las zonas de destilación 82 y 84 respectivamente en el aparato de las figuras 3 y 4 y que, por tanto, comprenden la tercera y cuarta región de fraccionamiento, respectivamente, emplean el número de platos teóricos de contacto vapor-líquido anteriormente indicado para las zonas 82 y 84.

La zona de destilación 776 por debajo de la alimentación a la columna 286 comprende la quinta región de fraccionamiento y su funcionamiento es como ya se ha descrito con anterioridad. La zona de destilación 285 dotada dentro de la columna 287 por debajo de la alimentación, comprende una sexta región de fraccionamiento y, por tanto, corresponde a la zona de destilación 218 en la modalidad de la figura 6. Por consiguiente, la zona de destilación 285 posee al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido y preferiblemente tiene de 2 a 50, más preferiblemente de 5 a 30 y más preferiblemente de 10 a 20 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

Como anteriormente se ha descrito para las modalidades de las figuras 2 a 6, el proceso de la figura 7 emplea preferiblemente una relación de reflujo líquido interna, para lograr la operación más eficaz de esta modalidad, de al menos 1,35:1 y con preferencia de 1,35:1 a 10:1, más preferiblemente

de 3,5:1 a 7,5:1 y más preferiblemente de 4:1 a 6:1, aproximadamente, en donde esta relación de reflujo interna se define por la expresión (I) anterior, tal y como se ha hecho referencia a las correspondientes zonas y corrientes en la modalidad de la figura 7.

5

Similarmente, se introduce preferiblemente en la columna 287 por el conducto 289 al menos 5 %, preferiblemente 10 a 70 % y más preferiblemente 25 a 50 %, aproximadamente, del "calor total de separación" suministrado a las columnas 286 y 287, es decir, la suma del calor sensible y calor latente introducidos por los conductos 758 y 289.

10

De manera similar al proceso de la figura 6, la modalidad de la figura 7 es particularmente útil cuando se desea reducir al mínimo la cantidad de líquido extraído por el conducto 783 como la corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído. Cuando ésto se pone en práctica, en condiciones de régimen constante, la velocidad de flujo de la corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído en el conducto 783 es en general de 0,1 a 10 % aproximadamente de la velocidad de flujo de la corriente de producto de óxido de etileno que se extrae por el conducto 785. Puede emplearse, como ya se ha indicado en la modalidad de la figura 7, velocidades de flujo relativas de la corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído y de la corriente de producto de óxido de etileno, fuera de las gamas antes mencionadas.

15

20

25

En la modalidad de las figuras 2 a 7 inclusive, el efluente del reabsorbedor 10 se trata primeramente en la columna de separación de dióxido de carbono 30 y el producto de cola de esta columna se pasa luego como alimentación a la columna o columnas de separación de aldehídos como ya se ha descrito an-

30

teriormente. La figura 8 ilustra todavía otra modalidad de esta invención en la cual el reabsorbato, conteniendo gas dióxido de carbono, se extrae de una columna de reabsorción 810 y se pasa directamente a una columna de separación de aldehidos 850 la cual se proporciona entonces con un separador de corriente lateral 264 para la eliminación de dióxido de carbono, reintroduciéndose entonces los gases separados a la columna de separación de aldehidos y ulteriormente al reabsorbedor para la separación con los vapores de cabeza de esta última columna. En la figura 8, los elementos de estructura similar a las modalidades de las figuras 2 a 4 emplean los números de aquellas figuras preferidos por "8". De este modo, en la figura 8 se ilustra un proceso en el cual una solución acuosa de óxido de etileno, que tiene en disolución dióxido de carbono e impurezas aldehídicas, y que se obtiene a partir de un separador convencional (no mostrado), se pasa como alimentación a la porción inferior del reabsorbedor 810 por el conducto 812 en donde se pone en contacto en contracorriente con un medio acuoso introducido a la porción superior de la columna 810 por el conducto 256, para absorber óxido de etileno, con lo que se obtiene un reabsorbato que se extrae por el conducto 813. Los gases no absorbidos, incluyendo el óxido de carbono, se extraen de la porción superior de la columna 810 por el conducto 814. El producto de cola extraído de la columna 810 se pasa por los conductos 813 y 832 como alimentación a la columna de separación de aldehidos 850 en la cual se proporciona, en orden ascendente por encima de la alimentación, las zonas de destilación 878, 880, 882 y 884, y en cuya columna se proporciona la zona de destilación 876 por debajo de la alimentación.

30

La solución acuosa impura de óxido de etileno

que contiene impurezas aldehídicas y dióxido de carbono disuelto, que se introduce a la columna de separación de aldehídos 850 por el conducto 832, puede tener una composición que, al igual que en las modalidades de las figuras 2 a 7, puede variar amplia-  
5 mente. En general, sin embargo, el líquido impuro contendrá de 5 a 25 % en peso, normalmente de 8 a 15 % en peso, aproximadamente, de óxido de etileno; de 75 a 95 % en peso, normalmente de 85 a 92 % en peso, aproximadamente, de agua; y de 0,001 a 0,1 % en peso, normalmente de 0,005 a 0,02 % en peso, aproxima-  
10 damente, de impurezas aldehídicas; y también contendrá (basado en el contenido en óxido de etileno del líquido impuro) más de 500 ppm aproximadamente, normalmente más de 1.000 ppm aproxima-  
damente, de dióxido de carbono o inertes gaseosos disueltos.

La zona de destilación 878 comprende la primera  
15 región de fraccionamiento y posee al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido y preferiblemente de 1 a 20, más preferiblemente de 2 a 10 platos teóricos de contacto vapor-líquido, y la zona de destilación 880 comprende la segunda región de fraccionamiento y posee al menos un plato teórico de contacto vapor-  
20 líquido, preferiblemente de 1 a 12 y más preferiblemente de 2 a 6 platos teóricos de contacto vapor-líquido. Similarmente, la zona de destilación 882 comprende la tercera región de fraccionamiento y posee al menos cinco platos teóricos de contacto vapor-líquido y preferiblemente de 10 a 60 y más preferiblemente  
25 de 5 a 50 platos teóricos de contacto vapor-líquido, y la zona de destilación 884 comprende la cuarta región de fraccionamiento y posee al menos 1, preferiblemente de 1 a 20 y más preferiblemente de 2 a 10 platos teóricos de contacto vapor-líquido. Finalmente, la zona de destilación 876 comprende la quinta región  
30 de fraccionamiento y posee al menos 1, preferiblemente de 1 a 20

y más preferiblemente de 3 a 12 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

5 Como en la modalidad de las figuras 3 y 4, la columna 850 está provista preferiblemente del conducto 860 para proporcionar medios para la retirada de al menos una porción del líquido que desciende a la zona de destilación 880, cuyo líquido extraído se calienta en el intercambiador de calor 869, como anteriormente se ha descrito, y se recicla por el conducto 862 a la columna 850 por debajo de la zona de destilación 880. El  
10 producto de cola se extrae de la columna 850 por el conducto 856 y se recicla en parte a la columna (por el calderín 859 y conducto 858) por debajo de la zona de destilación 876. Una porción del producto de cola extraído se pasa preferiblemente al conducto 863 para proporcionar el fluido de calentamiento necesario para el funcionamiento del intercambiador de calor 869 y el líquido enfriado se extrae entonces del intercambiador de calor por el conducto 867 y se pasa al conducto 866 y 256 para su reciclo al reabsorbedor 810. Una porción del líquido así reciclado por el conducto 256 puede extraerse por el conducto 829  
15 como purga para evitar la acumulación en el sistema de cantidades indeseadas de etilenglicol y formaldehído, como ya se ha descrito anteriormente.

Al igual que en la modalidad de las figuras 2 a 4, se extrae una corriente rica en acetaldehído de la columna  
25 850 por el conducto 883, que comprende al menos una porción del líquido que desciende de la zona de destilación 882. Esta corriente rica en acetaldehído será extraída generalmente por el conducto 883 a una velocidad de flujo equivalente a 0,5-25 % aproximadamente de la velocidad de flujo de la corriente de producto de óxido de etileno en el conducto 885, aunque pueden  
30 usarse también velocidades de flujo mayores o inferiores.

Puesto que el líquido introducido por el conducto

832 a la columna 850 en la modalidad de la figura 8, tendrá grandes cantidades (por ejemplo, hasta 0,1 % en peso aproximadamente) de dióxido de carbono disuelto, se proporciona en esta modalidad un conducto 262 mediante el cual se extrae de la columna 850 al menos una porción del líquido que desciende de la zona de destilación 884 y se introduce a la porción superior del separador de corriente lateral 264 por vía del elemento distribuidor 266. En el separador 264, se proporciona la zona de destilación 265 en la cual el líquido descendente así introducido se pone en contacto en contracorriente con los vapores de flujo ascendente que se introducen al separador 264 por medio del elemento distribuidor 268 y que resultan del tratamiento en el calderín 274 de una porción del producto de cola del separador que, a su vez, se extrae del separador 264 por el conducto 272. La porción restante del producto de cola extraído del separador 264 se pasa al conducto 885 y comprende la corriente deseada conteniendo óxido de etileno que está sustancialmente libre de impurezas aldehídicas y que también está prácticamente libre de dióxido de carbono, es decir, contiene menos de 20 ppm en peso aproximadamente de dióxido de carbono disuelto.

Los productos de cabeza formados en el separador 264 son ricos en dióxido de carbono que ha sido separado por tratamiento de la corriente lateral en el separador 264 y se pasan del separador 264 como reciclo a la columna 850 por el conducto 260 y elemento distribuidor 258, siendo introducido dicho reciclo a la columna 850 en un punto de la columna situado por debajo de la zona de destilación 884. El producto de cabeza combinado formado en la columna 850 se extrae de la misma por el conducto 854 y se pasa al condensador 889, el cual se ilustra en la figura 8 como un condensador parcial. El condensado así ob

tenido se pasa al separador gas-líquido 852. Una porción del líquido extraído del separador 852 se pasa por los conductos 886 y 881 a la porción superior de la columna 850 como reflujo líquido, siendo suficiente la cantidad de dicho reflujo para proporcionar una relación de reflujo líquido interna de al menos 1,35:1 y preferiblemente de 1,35:1 a 10:1, más preferiblemente de 3,5:1 a 7,5:1 y más preferiblemente de 4:1 a 6:1 aproximadamente, siendo definida la relación de reflujo líquido interna por la expresión (I) anterior, con referencia a las zonas y corrientes definidas en la figura 8. El condensado restante no refluído de este modo comprende la corriente rica en formaldehído que se extrae por el conducto 887. Al menos una porción de esta corriente se recicla preferiblemente por los conductos 888 y 832 a la sección rica en agua de la columna 850, al objeto de recuperar cantidades adicionales de óxido de etileno presente en esta corriente. Los vapores obtenidos del separador 852 que son ricos en dióxido de carbono, se extraen del mismo por el conducto 890 y se pasan al reabsorbedor 810 por el conducto 812 para reabsorber cualquier óxido de etileno que permanezca en estos vapores, siendo ventilados los gases no absorbidos, como se ha descrito anteriormente, por el conducto 814. Alternativamente, y al igual que cuando el contenido en óxido de etileno de los vapores extraídos del separador 852 es suficientemente bajo (por ejemplo, mediante el empleo de una etapa de lavado con agua), los vapores del conducto 890 pueden ventilarse directamente a la atmósfera.

La zona de destilación 265 comprende generalmente al menos dos platos teóricos de contacto vapor-líquido, preferiblemente de 5 a 20 y más preferiblemente de 8 a 15 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

La cantidad de calor introducido a la columna de separación de aldehído 850 por el conducto 862 es con preferencia de al menos 5 %, preferiblemente de 10 a 70 % y más preferiblemente de 25 a 50 % aproximadamente del "calor total de separación" suministrado a la columna 850, es decir, la suma de los calores sensible y latente introducidos a la columna 850 por los conductos 858 y 862.

Las condiciones operativas usadas en la columna 264 variarán ampliamente, en función de factores tales como composición del líquido pasado a la misma por el conducto 262, grado de separación deseado de dióxido de carbono disuelto y de otros factores que serán evidentes para los expertos en esta materia. Generalmente, sin embargo, la columna 264 emplea una temperatura de cola de 30 a 80°C aproximadamente y normalmente de unos 40 a 60°C, y una presión de cabeza de 1,75 a 7 kg/cm<sup>2</sup> relativos, normalmente de 1,75 a 3,5 kg/cm<sup>2</sup> aproximadamente.

La figura 9 ilustra una modalidad de esta invención en la cual la modalidad de la figura 7 es suplementada por la adición de un separador de corriente lateral para la separación del dióxido de carbono pasado a la primera columna de destilación. Al igual que en la modalidad de la figura 8, la modalidad ilustrada en la figura 9 será particularmente adecuada para el tratamiento de un líquido impuro acuoso de óxido de etileno que contiene altas concentraciones de dióxido de carbono. En la figura 9, en la cual los elementos de similar estructura a los mostrados en las modalidades de las figuras 2 a 4 emplean los números de aquellas figuras pero precedidos por el nº "9", una corriente acuosa impura de óxido de etileno que contiene dióxido de carbono disuelto se pasa por el conducto 932, intercambiador de calor 964 y elemento distribuidor 977 a la primera columna de destilación 300 en la cual se proporciona, por encima de la ali-

mentación a la misma, la zona de destilación 304 y, por debajo de la alimentación, la zona de destilación 976. Los vapores de cabeza son extraídos de la columna 300 por el conducto 306 y pasados por el elemento distribuidor 315 a la segunda columna de destilación 310 en la cual se proporciona, por encima de la alimentación y en orden ascendente, la zona de destilación 982 y 984 y, por debajo de la alimentación, la zona de destilación 314. El producto de cola de la columna 200 se extrae por el conducto 956, pasándose una porción del mismo por el conducto 966 al intercambiador de calor 964, siendo reciclada parte del producto de cola a la columna 300 por el conducto 957, calderín 959, conducto 958 y elemento distribuidor 972, como ya se ha descrito. Al igual que en las modalidades anteriores, el producto de cola enfriado extraído por el conducto 968 del intercambiador de calor 964, se recicla preferiblemente a un reabsorbedor (no mostrado) (por ejemplo, por el conducto 256 al reabsorbedor 810 en la modalidad de la figura 8).

Los vapores de cabeza producidos en la columna 310 se extraen de la misma por el conducto 954, se condensan en el condensador 989 y se pasan al separador vapor-líquido 952, del cual el líquido separado se extrae por el conducto 986 y, en parte, se recicla a la columna 310 por el conducto 981 y elemento distribuidor 993 como reflujo líquido, siendo extraído el restante líquido separado por el conducto 987 como la corriente de óxido de etileno rica en formaldehído. Tal y como se ha descrito en las modalidades anteriores, al menos una porción de dicha corriente rica en formaldehído se recicla preferiblemente por el conducto 988 y 932 a la columna 300. Los vapores separados en el separador 952 se reciclan preferiblemente por el conducto 990, como se ha descrito en la modalidad de la figura 8, a un reabsorbedor (por

ejemplo, reabsorbedor 810 en la modalidad de la figura 8), para proporcionar la separación del sistema por vía de la cabeza del reabsorbedor de elevadas concentraciones de dióxido de carbono que estarán contenidas en la cabeza extraída de la segunda columna de destilación 310 por el conducto 954.

Similarmente a la modalidad de la figura 8, el líquido introducido por el conducto 932 a la primera columna de destilación 300 contendrá grandes cantidades de dióxido de carbono disuelto. Por tanto, se proporciona también en esta modalidad un conducto 320 por el cual se extrae al menos una porción del líquido que desciende de la zona de destilación 984 de la segunda zona de destilación 310 y se introduce a la porción superior del separador de corriente lateral 324 por vía del elemento distribuidor 322. En el separador 324, se proporciona la zona de destilación 326 en la cual el líquido descendente así introducido se pone en contacto en contracorriente con los vapores de flujo ascendente que se introducen al separador 324 por medio del elemento distribuidor 328 y que resultan del tratamiento del calderín 332 de una porción del producto de cola del separador que, a su vez, se extrae del separador 324 por el conducto 323. La porción restante del producto de cola extraído del separador 324 se pasa al conducto 985 y comprende la corriente conteniendo óxido de etileno deseada, sustancialmente libre de impurezas aldehídicas y dióxido de carbono.

El producto de cabeza formado en el separador 324 es rico en dióxido de carbono que ha sido separado por tratamiento de la corriente lateral en el separador 324 y se pasa por el conducto 818 y elemento distribuidor 317 como reciclo a la columna 310, siendo introducido dicho reciclo a la columna 310 en un punto situado en la columna por debajo de la zona de destilación 984.

Como se ha descrito anteriormente, estos gases de dióxido de carbono se extraen de la columna 310 con los vapores en el conducto 954 y pasan predominantemente al conducto 990, pudiéndose reciclar a un reabsorbedor.

5                   La zona de destilación 976 de la columna 300 corresponde a la zona de destilación 76 en las modalidades de las figuras 3 y 4 y ya ha sido descrita anteriormente. Como en la figura 7, la zona de destilación de la columna 300 por encima de la alimentación a la misma (zona 304 en la figura 9) corresponde a  
10 la primera y segunda región de fraccionamiento 76 y 80 en las figuras 3 y 4 y, por tanto, posee al menos dos platos teóricos de contacto vapor-líquido y preferiblemente de 25 a 35, más preferiblemente de 4 a 6 y más preferiblemente de 6 a 11 platos teóricos de contacto vapor-líquido, aproximadamente. De forma similar a la  
15 figura 7, las zonas de destilación 982 y 984 en la columna 310 corresponden a las zonas de destilación 82 y 84, respectivamente, de las figuras 3 y 4 y, por tanto, comprenden la tercera y cuarta región de fraccionamiento, respectivamente; el número de platos teóricos de contacto vapor-líquido empleados en la zona de destilación 982 y 984 corresponden por tanto al ya indicado para las  
20 zonas 82 y 84.

                  La zona de destilación 314 por debajo de la alimentación a la columna 310 comprende una sexta región de fraccionamiento y, por tanto, corresponde a la zona de destilación  
25 218 de la modalidad de la figura 6. Por consiguiente, la zona de destilación 314 posee al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido y preferiblemente de 2 a 50, más preferiblemente de 5 a 30 y más preferiblemente de 10 a 20 platos teóricos de contacto vapor-líquido. El producto de cola se extrae de la columna 310 por el conducto 316 y una porción del mismo se recicla  
30

5 por el calderín 959 y conducto 312 a la porción inferior de la columna 310. El producto de cola restante se pasa al conducto 983 que comprende la corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído. Como en la figura 7, la velocidad de flujo de la corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído (en condiciones de régimen constante) en el conducto 985 de la figura 9, es generalmente de 0,1 a 10 % aproximadamente de la velocidad de flujo de la corriente de producto de óxido de etileno que se extrae por el conducto 985.

10 La zona de destilación 326 en el separador de corriente lateral 324 corresponde a la zona de destilación 265 en la modalidad de la figura 8 y, por tanto, comprende generalmente al menos dos platos teóricos de contacto vapor-líquido, preferiblemente de 5 a 20 y más preferiblemente de 8 a 15 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

15 Como ya se ha descrito, la cantidad de calor introducido en la segunda zona de destilación 310 por el conducto 312 es con preferencia de al menos 5 %, preferiblemente de 10 a 70%, más preferiblemente de 25 a 50 % aproximadamente de "calor de separación total" suministrado a las columnas 300 a 310, es decir, la suma de los calores sensible y latente introducidos a las columnas 300 y 310 por los conductos 958 y 312.

20 La composición general del líquido impuro pasado a la columna 300 por el conducto 932 corresponde a la ya descrita anteriormente para el líquido impuro alimentado a la columna de separación de aldehído 850 en la figura 8 y las condiciones operativas del separador de corriente lateral 324 corresponde a las ya indicadas anteriormente para la columna 264 en la figura 8.

25 La cantidad de reflujo líquido introducido a la columna 310 por el conducto 981 es suficiente para proporcionar

30

una relación de reflujo líquido interna de al menos 1,35:1, preferiblemente de 1,35:1 a 10:1, más preferiblemente de 3,5:1 a 7,5:1 y más preferiblemente de 4:1 a 6:1 aproximadamente, siendo definida la relación de reflujo líquido interna por la expresión (I) anterior, con referencia a las zonas y corrientes definidas en la figura 9.

Como se muestra en la Patente USA No. 3.904.656 ya indicada anteriormente, el procedimiento de óxido de etileno de la técnica anterior contempla también el paso de una porción del reabsorbato (por ejemplo, reabsorbato de la línea 16 de la figura 1 anterior) a un proceso convencional de etilenglicol en donde el contenido en óxido de etileno del reabsorbato es reaccionado en un reactor de etilenglicol con agua para formar derivados glicólicos del epóxido. Cuando el proceso de etilenglicol emplea una columna de separación antes del reactor de etilenglicol, para tratar el reabsorbato y separar dióxido de carbono y otros gases disueltos antes del reactor, se entenderá que el efluente líquido de dicha columna puede pasarse a una columna de separación de aldehidos 50 (por ejemplo, por la línea 32 en la figura 2) para la obtención de una corriente de óxido de etileno purificada de acuerdo con el proceso de esta invención. De este modo, se entenderá que la columna 30 de la figura 2 puede comprender al reactor de glicol alimentado al separador.

La invención se entenderá de forma más completa con referencia a los siguientes ejemplos específicos, pero debe entenderse que estos ejemplos se ofrecen solamente con fines ilustrativos y no intentan limitar el alcance de la invención. En los siguientes ejemplos y en toda esta memoria, las partes se ofrecen en peso salvo que se indique lo contrario.

EJEMPLO 1

Una solución acuosa impura de óxido de etileno, sustancialmente libre de dióxido de carbono, se procesa continuamente en una columna de destilación de etapas múltiples, en contracorriente, similar a la mostrada en la figura 4. La columna, y con referencia a los números indicados en la figura 4, contiene tres platos teóricos de contacto vapor-líquido en la zona 78, dos platos teóricos de contacto vapor-líquido en la zona 80, 38 platos teóricos de contacto vapor-líquido en la zona 82, 4 platos teóricos de contacto vapor-líquido en la zona 84 y 7 platos teóricos de contacto vapor-líquido en la zona 76. En la Tabla I se ofrecen las temperaturas, velocidades de flujo, contenido en calor sensible y composición de las diversas corrientes. Los números de referencia que aparecen entre paréntesis por debajo de las identificaciones de las corrientes, son los utilizados en la figura 4 y se proporcionan para facilitar una referencia entre este ejemplo y el dibujo. El reflujo líquido interno empleado es de 6:1, tal y como se determina por la expresión (1) anterior.

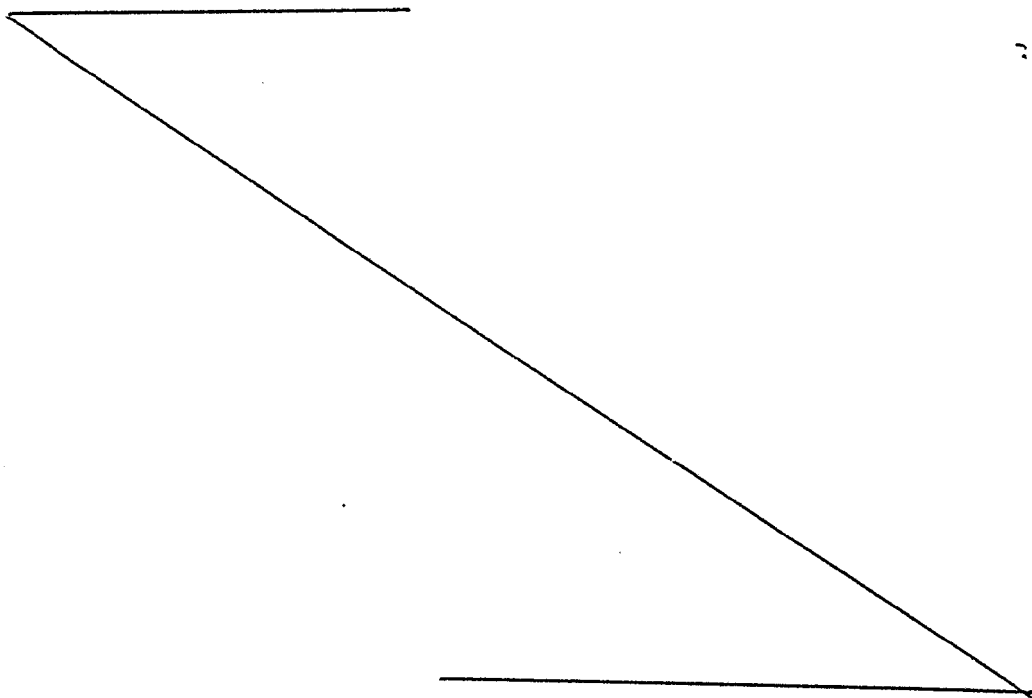


TABLA I

Corriente	Alimentación (32)	Producto de cola (68)	Reciclo de cola (58)	Reciclo de corriente lateral (62)	Corriente O.E. rica en CH <sub>3</sub> CHO en (83)	Corriente de producto O.E. (85)	Vapor de cabeza (54)	Reflujo (81)	Corriente O.E. rica en HCHO (87)
Temp., °C.	53	65	146	56	52	48	48	47	47
Presión, kg/cm <sup>2</sup> , abs.	-	-	4,3	4,0	4,0	3,7	3,7	3,7	3,7
Flujo, kg/hora	14.822	13.088	-	-	262	1.310	9.570	9.408	162
Entrada/salida calor 10 <sup>6</sup> kcal	-	-	1,28 entrada	0,51 entrada	-	-	1,25 salida	-	-
Composición, % en peso									
Oxido de etileno (O.E.)*	11,9	12 ppm	12 ppm	79,6	99,4	99,9	99,9	99,9	99,9
Agua	86,9	98,4	98,4	20,0	0,6	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
Etilenglicol	1,06	1,6	1,6	0,01	nada	nada	nada	nada	nada
Formaldehído*	0,0050	0,0053	0,0053	4 ppm	3,5 ppm	3,4 ppm	0,030	0,030	0,030
Acetaldehído*	0,0050	-	-	0,40	0,28	5 ppm	5 ppm	5 ppm	5 ppm

\* Expresado como ppm (partes por millón), cuando se indique, no en % en peso.

TABLA I

Corriente	Alimenta ción (32)	Producto de cola (68)	Reciclo de cola (58)	Reciclo de corriente lateral (62)	Corrie O.E. r en CH <sub>3</sub> (83)
Temp., °C.	53	65	146	56	52
Presión, kg/cm <sup>2</sup> , abs.	-	-	4,3	4,0	4,
Flujo, kg/hora	14.822	13.088	-	-	262
Entrada/salida calor 10 <sup>6</sup> kcal	-	-	1,28 entra da	0,51 entrada	-
<u>Composición, % en peso</u>					
Oxido de etileno (O.E.)*	11,9	12 ppm	12 ppm	79,6	99
Agua	86,9	98,4	98,4	20,0	0
Etilenglicol	1,06	1,6	1,6	0,01	na
Formaldehido*	0,0050	0,0053	0,0053	4 ppm	3
Acetaldehido*	0,0050	-	-	0,40	0

\* Expresado como ppm (partes por millón), cuando se indique,  
no en % en peso.

Corriente O.E. rica en CH <sub>3</sub> CHO (83)	Corriente de produc to O.E. (85)	Vapor de cabeza (54)	Reflujo (81)	Corriente O.E. rica en HCHO (87)
52	48	48	47	47
4,0	3,7	3,7	3,7	3,7
262	1.310	9.570	9.408	162
-	-	1,25 salida	-	-
99,4	99,9	99,9	99,9	99,9
0,6	< 0,01	< 0,01	< 0,01	< 0,01
nada	nada	nada	nada	nada
3,5 ppm	3,4 ppm	0,030	0,030	0,030
0,28	5 ppm	5 ppm	5 ppm	5 ppm

EJEMPLO 2

Se repite el proceso del ejemplo 1 excepto que no se emplea inyección de corriente lateral de vapor de separación, de manera que el vapor de separación se introduce solamente por el conducto 58. Los datos así obtenidos se ilustran en la siguiente Tabla II.

TABLA II

Corriente	Alimentación	Producto de cola	Reciclo de cola	Corriente O.E. rica en CH <sub>3</sub> CHO	Corriente de producto O.E.	Vapor de cabeza	Reflujo	Corriente O.E. rica en HCHO
	(32)	(56)	(58)	(83)	(85)	(54)	(81)	(87)
Temp., °C	53	65	146	52	48	48	47	47
Presión, kg/cm <sup>2</sup> , abs.	-	-	4,3	4,0	3,7	3,7	3,7	3,7
Flujo, kg/hora	14.822	13.088	-	262	1.027	9.570	9.126	444
Entrada/salida calor 10 <sup>6</sup> kcal	-	-	1,79 in	-	-	1,25 salida	-	-
Composición, % en peso								
Oxido de etileno (E.O.)*	11,9	12 ppm	12 ppm	99,4	99,9	99,99	99,9	99,9
Agua	86,9	98,4	98,4	0,6	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
Etilenglicol	1,06	1,6	1,6	nada	nada	nada	nada	nada
Formaldehído*	0,005	0,0046	0,0046	8,5 ppm	8,5 ppm	0,03	0,03	0,03
Acetaldehído*	0,005	-	-	0,28	5 ppm	5 ppm	5 ppm	5 ppm

\* Expresado como ppm (partes por millón), cuando se indique, no en % en peso.

EJEMPLO 2

Se repite el proceso del ejemplo 1 excepto que no se emplea inyección de corriente lateral de vapor de separación, de manera que el vapor de separación se introduce solamente por el conducto 58. Los datos así obtenidos se ilustran en la siguiente Tabla II.

TABLA II

Corriente	Alimentación (32)	Producto de cola (56)	Reciclo de cola (58)	Corriente O.E. rica en CH <sub>3</sub> CHO (83)	Corrie de pro O.E. (85)
Temp., °C	53	65	146	52	48
Presión, kg/cm <sup>2</sup> , abs.	-	-	4,3	4,0	3
Flujo, kg/hora	14.822	13.088	-	262	1.0
Entrada/salida calor 10 <sup>6</sup> kcal	-	-	1,79 in	-	.
<u>Composición, % en peso</u>					98
Oxido de etileno (E.O.)*	11,9	12 ppm	12 ppm	99,4	< 0,
Agua	86,9	98,4	98,4	0,6	na
Etilenglicol	1,06	1,6	1,6	nada	8,
Formaldehido*	0,005	0,0046	0,0046	8,5 ppm	5
Acetaldehido*	0,005	-	-	0,28	

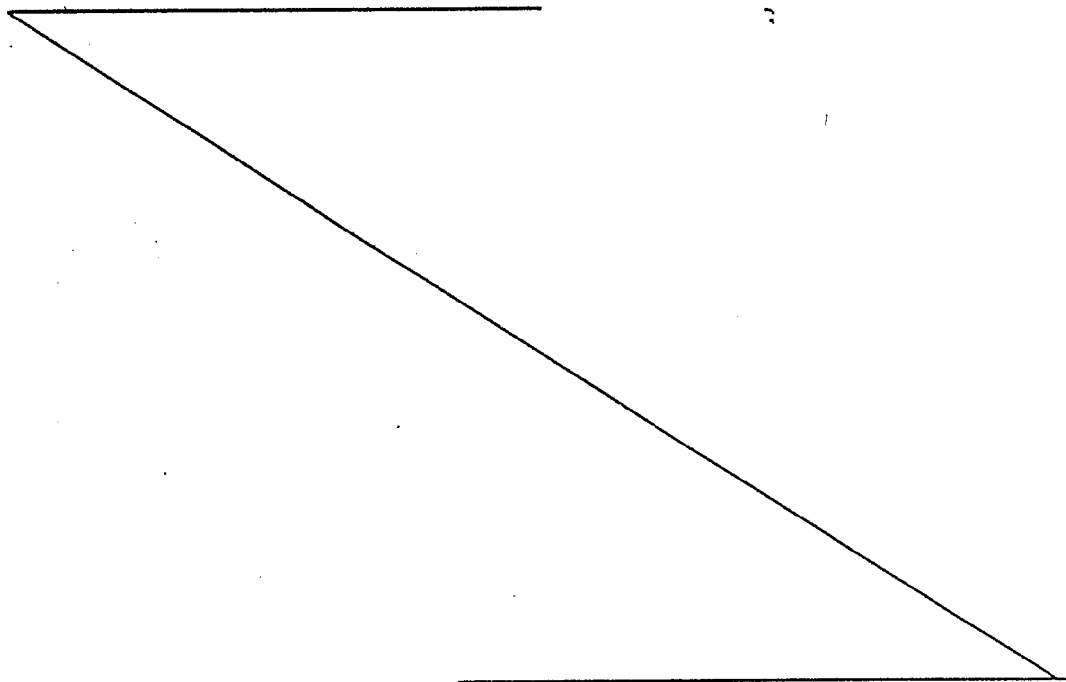
\*Expresado como ppm (partes por millón), cuando se indique, no en % en peso.

e a o	Corriente de producto O.E. (85)	Vapor de cabeza (54)	Reflujo (81)	Corriente O.E. rica en HCHO (87)
	48	48	47	47
	3,7	3,7	3,7	3,7
	1.027	9.570	9.126	444
	-	1,25 salida	-	-
	99,9	99,99	99,9	99,9
	<0,01	<0,01	<0,01	<0,01
	nada	nada	nada	nada
	8,5 ppm	0,03	0,03	0,03
m	5 ppm	5 ppm	5 ppm	5 ppm

A partir de lo anterior se podrá apreciar que el vapor de separación introducido a las diversas columnas de las figuras 5 a 9, puede comprender también vapor de agua y otro fluido de calentamiento inerte adecuado además de o en lugar de los reciclos indicados de producto de cola y corriente laterales, en las figuras indicadas.

- Figura 5 - columna 205, conducto 558 y columna 206, conducto 562;
- Figura 6 - columna 210, conducto 658 y columna 212, conducto 226;
- Figura 7 - columna 286, conducto 758 y columna 287, conducto 289;
- 10 Figura 8 - columna 850, conductos 858 y 862 y columna 264, conducto 272; y
- Figura 9 - columna 300 (conducto 958), columna 310 (conducto 312), y columna 324 (conducto 330).

15 Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental.



REIVINDICACIONES

1.- Procedimiento para el tratamiento de soluciones acuosas impuras de óxido de etileno, que contienen, como impureza, al menos un aldehído elegido entre formaldehído y acetaldehído, para proporcionar óxido de etileno sustancialmente libre de dichas impurezas aldehídicas y de agua, caracterizado porque comprende las etapas de:

5

(a) pasar la solución impura, como corriente de alimentación, a una zona de destilación en contracorriente de etapas múltiples, que tiene dispuestas dentro de la misma, en orden ascendente, por encima de dicha corriente de alimentación, las siguientes regiones de fraccionamiento:

10

(1) una primera región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido;

15

(2) una segunda región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido;

(3) una tercera región de fraccionamiento de al menos cinco platos teóricos de contacto vapor-líquido; y

20

(4) una cuarta región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido; teniendo dispuesta dentro de dicha zona de destilación en contra corriente de etapas múltiples, por debajo de dicha corriente de alimentación, una quinta región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido; teniendo cada una de las regiones de fraccionamiento medios para proporcionar el contacto en contracorriente entre el líquido descendente y el vapor ascendente;

25

(b) introducir vapor de separación a dicha zona de destilación por debajo de la quinta región de fraccionamiento;

30

(c) extraer de la zona de destilación, como una primera co-

corriente lateral, al menos una porción del líquido que desciende de la tercera región de fraccionamiento, comprendiendo dicha primera corriente lateral una corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído;

5 (d) extraer de la zona de destilación, como una segunda corriente lateral, al menos una porción del líquido que desciende de la cuarta región de fraccionamiento, comprendiendo dicha segunda corriente lateral óxido de etileno sustancialmente libre de impurezas aldehídicas y agua;

10 (e) extraer vapor conteniendo formaldehído de la zona de destilación por encima de la cuarta región de fraccionamiento, condensar al menos una porción del vapor extraído y reciclar al menos una porción del condensado así producido como reflujo líquido a la zona de destilación por encima de la cuarta región de fraccionamiento; siendo reciclado dicho condensado como reflujo a la zona de destilación en una cantidad suficiente para proporcionar una relación de reflujo líquido interna de al menos 1,35:1 aproximadamente, tal y como se define por la expresión:

$$R = \frac{L}{P+F}$$

20 en la que R es la relación de reflujo líquido interno, L son los moles por hora de líquido que desciende a la tercera región de fraccionamiento desde la cuarta región de fraccionamiento, P son los moles por hora de líquido extraído como segunda corriente lateral y F son los moles por hora del vapor extraído y no reciclado como condensado a la zona de destilación; siendo extraída la porción de condensado no reciclado como una corriente de óxido de etileno rica en formaldehído; y

25 (f) extraer de la zona de destilación un producto líquido de cola que comprende una solución acuosa sustancialmente libre de óxido de etileno.

30

2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque al menos una porción del líquido descendente de la segunda región de fraccionamiento se extrae de la zona de destilación como tercera corriente lateral y la tercera corriente lateral extraída se vaporiza al menos parcialmente y se reintroduce como fuente de vapor de corriente lateral a la zona de destilación entre la primera y la segunda región de fraccionamiento; comprendiendo la cantidad de calor introducido a la zona de destilación con dicho vapor de corriente lateral al menos un 5 % del calor de separación total suministrado a la zona de destilación.

3.- Procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la cantidad de calor introducido a la zona de destilación con dicho vapor de corriente lateral comprende de 10 a 70 % aproximadamente del calor de separación total suministrado a la zona de destilación.

4.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el vapor de separación de corriente lateral se introduce a la zona de destilación entre la primera y la segunda región de fraccionamiento, comprendiendo la cantidad de calor introducido a la zona de destilación con dicho vapor de separación de corriente lateral al menos el 5 % del calor total de separación suministrado a la zona de destilación.

5.- Procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado porque la cantidad de calor introducido a la zona de destilación con dicho vapor de separación de corriente lateral, comprende de 10 a 70 % aproximadamente del calor total de separación suministrado a la zona de destilación.

6.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la segunda corriente lateral contiene menos

de 10 partes en peso aproximadamente de impurezas aldehídicas por 1 millón de partes en peso de dicha segunda corriente lateral.

5                   7.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la relación de reflujo líquido interna es de 1,35:1 a 10:1 aproximadamente.

8.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la primera región de fraccionamiento tiene de 1 a 20 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

10                   9.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la segunda región de fraccionamiento tiene de 1 a 35 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

15                   10.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la tercera región de fraccionamiento tiene de 10 a 60 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

11.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la cuarta región de fraccionamiento tiene de 1 a 20 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

20                   12.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la quinta región de fraccionamiento tiene de 1 a 20 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

25                   13.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la solución acuosa impura de óxido de etileno contiene dióxido de carbono disuelto y la segunda corriente lateral extraída en la etapa (d) se pasa a una segunda zona de destilación de al menos dos platos teóricos de contacto vapor-líquido, en donde la segunda corriente lateral se trata para la separación del dióxido de carbono disuelto, produciendo con ello un producto de cola que comprende óxido de etileno sustancialmente

te libre de impurezas aldehídicas, agua y dióxido de carbono, y un producto de cabeza que comprende vapores de dióxido de carbono, siendo reintroducido dicho producto de cabeza en la zona de destilación en contracorriente de etapas múltiples por debajo  
5 de la cuarta región de fraccionamiento.

14.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la primera corriente lateral extraída de la zona de destilación de etapas múltiples se pasa como alimentación a la porción superior de una zona de destilación de corriente lateral que tiene, dispuesta dentro de la misma, una  
10 sexta región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido, en donde dicha corriente lateral se pone en contacto en contracorriente con vapor de separación de flujo ascendente introducido a la porción inferior de la citada  
15 zona de destilación de corriente lateral, para formar (1) vapores de cabeza que son introducidos a la citada zona de destilación de etapas múltiples por debajo de la tercera región de fraccionamiento y (2) un producto de cola que comprende corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído.

15.- Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque al menos una porción del producto de cola extraído de la zona de destilación de corriente lateral se vaporiza para formar los vapores de separación introducidos a la citada zona de destilación de corriente lateral; comprendiendo la  
20 cantidad de calor introducido a la zona de destilación de corriente lateral con dicho vapor al menos 5 % del calor total de separación suministrado a la zona de fraccionamiento de etapas múltiples y a la zona de destilación de corriente lateral.  
25

16.- Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque la sexta región de fraccionamiento contiene  
30 de 2 a 35 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

17.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende:

5 (a) pasar la solución impura como corriente de alimentación a una primera zona de destilación en contracorriente de etapas múltiples que tiene, dispuesta dentro de la misma, por encima de dicha corriente de alimentación dicha primera región de fraccionamiento y que tiene, dispuesta dentro de la misma, por debajo de dicha corriente de alimentación, dicha quinta región de fraccionamiento;

10 (b) introducir vapor de separación a dicha primera zona de destilación por debajo de dicha quinta región de fraccionamiento;

(c) extraer de la porción superior de la primera zona de destilación un primer producto de cabeza que se introduce como alimentación a la porción inferior de una segunda zona de destilación en contracorriente de etapas múltiples, teniendo dicha segunda zona de destilación, dispuestas dentro de la misma, por encima de la corriente de alimentación a la misma, las siguientes regiones de fraccionamiento en orden ascendente:

(1) dicha segunda región de fraccionamiento;

(2) dicha tercera región de fraccionamiento; y

20 (3) dicha cuarta región de fraccionamiento;

(d) extraer de la porción inferior de la segunda zona de destilación en contracorriente un primer producto de cola que se introduce a la porción superior de la primera zona de destilación en contracorriente por encima de la primera región de fraccionamiento;

25 (e) extraer un segundo producto de cola de la porción inferior de la primera zona de destilación, comprendiendo dicho segundo producto de cola una solución acuosa sustancialmente libre de óxido de etileno;

30 (f) extraer de la segunda zona de destilación, una primera corriente lateral, que comprende al menos una porción del líquido que

desciende de dicha cuarta región de fraccionamiento, y que es óxido de etileno sustancialmente libre de impurezas aldehídicas y de agua; y

5 (h) extraer vapor conteniendo formaldehído de la segunda zona de destilación por encima de dicha cuarta región de fraccionamiento, condensar al menos una porción del vapor extraído y re  
10 ciclar al menos una porción del condensado así producida como reflujo líquido a la segunda zona de destilación por encima de la cuarta región de fraccionamiento; siendo reciclado dicho condensado como reflujo líquido interna de al menos 1,35:1 aproximadamente, tal y como se define por la expresión:

$$R = \frac{L}{P + F}$$

15 en la que R es la relación de reflujo líquido interna, L son los moles por hora de líquido que desciende a la tercera región de fraccionamiento desde la cuarta región de fraccionamiento, P son los moles por hora de líquido extraído como segunda corriente lateral y F son los moles por hora de vapor extraído y no reciclado como el condensado a la segunda zona de destilación; siendo  
20 extraída la porción de dicho condensado no reciclado como una corriente de óxido de etileno rica en formaldehído.

18.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque comprende:

25 (a) pasar la solución impura como corriente de alimentación a una primera zona de destilación en contracorriente de etapas múltiples que tiene, dispuestas dentro de la misma, en orden ascendente, por encima de dicha corriente de alimentación, dicha primera región de fraccionamiento; y que tiene, dispuesta dentro de la misma, por debajo de dicha corriente de alimentación, dicha quinta región

de fraccionamiento, teniendo cada una de las regiones de fraccionamiento medios para proporcionar el contacto en contracorriente entre el líquido descendente y el vapor ascendente;

5 (b) introducir vapor de separación a dicha primera zona de destilación por debajo de la quinta región de fraccionamiento;

(c) extraer un producto de cabeza de la primera zona de destilación que se introduce como alimentación a una segunda zona de destilación en contracorriente de etapas múltiples, teniendo dicha segunda zona, dispuestas dentro de la misma, del orden ascendente, por encima de dicha corriente de alimentación, las siguientes regiones de fraccionamiento;

(1) dicha tercera región de fraccionamiento; y

15 (2) dicha cuarta región de fraccionamiento; teniendo dispuesta dentro de la misma, por debajo de dicha corriente de alimentación, una sexta región de fraccionamiento de al menos un plato teórico de contacto vapor-líquido; teniendo cada una de dichas regiones de fraccionamiento medios para proporcionar el contacto en contracorriente entre el líquido descendente y el vapor ascendente;

(d) introducir vapor de separación a dicha segunda zona de destilación por debajo de la sexta región de fraccionamiento;

25 (e) extraer de la segunda zona de destilación al menos una porción del líquido que desciende desde la tercera región de fraccionamiento y que es reciclado como reflujo a la porción superior de la primera zona de destilación por encima de la segunda región de fraccionamiento;

(f) extraer de la segunda zona de destilación al menos una porción del líquido que desciende desde la cuarta región de fraccionamiento, comprendiendo el líquido extraído producto de óxido de etileno

30

sustancialmente libre de impurezas aldehídicas y de agua;

(g) extraer un producto de cola de la segunda zona de destilación, comprendiendo dicho producto de cola una corriente de óxido de etileno rica en acetaldehído; y

5 (h) extraer vapor conteniendo formaldehído de la segunda zona de destilación por encima de la cuarta región de fraccionamiento, condensar al menos una porción del vapor extraído y reciclar al menos una porción del condensado así producido como reflujo líquido a la segunda zona de destilación por encima de la  
10 cuarta región de fraccionamiento; siendo reciclado dicho condensado como reflujo a la segunda zona de destilación en una cantidad suficiente para proporcionar una relación de reflujo líquido interna de al menos 1,35:1 aproximadamente tal y como se define por la expresión

15

$$R = \frac{L}{P + F}$$

en la que R es la relación de reflujo líquido interna, L son los moles por hora del líquido que desciende a la tercera región  
20 de fraccionamiento desde la quinta región de fraccionamiento P son los moles por hora del líquido extraído como producto de óxido de etileno y F son los moles por hora de vapor extraído y no reciclado como condensado a la segunda zona de destilación; siendo extraída la porción de dicho condensado no reciclado como una  
25 corriente de óxido de etileno rica en formaldehído.

19.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque al menos una porción del producto de cola

5 extraído de la segunda zona de destilación se vaporiza parcialmente en una zona de vaporización y se recicla a la segunda zona de destilación como vapor de separación, en una cantidad suficiente para proporcionar al menos el 5 % del calor total de separación suministrado a la primera y segunda zona de destilación.

10 20.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque al menos una porción del producto de cola extraído de la segunda zona de destilación se vaporiza parcialmente en una zona de vaporización y se recicla a la segunda zona de destilación como dicho vapor de separación, en una cantidad suficiente para proporcionar de 10 a 70 % aproximadamente del calor total de separación suministrado a la primera y segunda zonas de destilación.

15 21.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque el vapor de separación de corriente lateral se introduce a la zona de destilación entre la primera y la segunda región de fraccionamiento, comprendiendo la cantidad de calor introducido a la zona de destilación con dicho vapor de  
20 separación de corriente lateral al menos el 5 % del calor total de separación suministrado a la zona de destilación.

25 22.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque la cantidad de calor introducido a la zona de destilación con dicho vapor de separación de corriente lateral comprende de 10 a 70 % aproximadamente del calor total de separación suministrado a la zona de destilación.

23.- Procedimiento según la reivindicación 18,

caracterizado porque la corriente de producto de óxido de etileno contiene menos de 70 partes en peso aproximadamente de impurezas aldehídicas por un millón de partes en peso de dicha corriente de producto.

5                   24.- Procedimiento según la reivindicación 18 caracterizado porque R es de 1,35:1 a 10:1.

25.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque la primera región de fraccionamiento posee de 1 a 20 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

10                   26.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque la segunda región de fraccionamiento posee de 1 a 15 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

15                   27.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque la quinta región de fraccionamiento posee de 1 a 20 platos teóricos de contacto.

28.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque la tercera región de fraccionamiento posee de 10 a 60 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

20                   29.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque la cuarta región de fraccionamiento posee de 1 a 20 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

30.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque la sexta región de fraccionamiento posee de 2 a 35 platos teóricos de contacto vapor-líquido.

25                   31.- Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque la solución acuosa impura de óxido de

etileno contiene dióxido de carbono disuelto y al menos una  
porción del líquido descendente de la cuarta región de frac-  
cionamiento se extrae de la segunda zona de destilación y  
se pasa a la porción superior de una tercera zona de destilación  
5 en donde el líquido extraído se trata para la separación, como  
producto de cabeza, de dióxido de carbono disuelto, produciendo  
con ello un producto de cola que comprende óxido de etileno  
sustancialmente libre de impurezas aldehídicas, agua y dióxido  
de carbono, y un producto de cabeza que comprende los vapo-  
10 res de dióxido de carbono, siendo reintroducido dicho producto  
de cabeza a la segunda zona de destilación por debajo de la  
cuarta región de fraccionamiento.

32.- Procedimiento para el tratamiento de  
soluciones acuosas impuras de óxido de etileno, tal y como  
15 queda sustancialmente descrito. en la presente Memoria e ilus-  
trado en los dibujos adjuntos.

Esta Memoria consta de 61 hojas escritas a má-  
quina por una sola cara.

Madrid,

15 OCT. 1979

HALCON RESEARCH AND DEVELOPMENT CORP.

J. M. GOMEZ ACEBU Y PUMBU  
D. D. Firmador J. Suarez Diaz

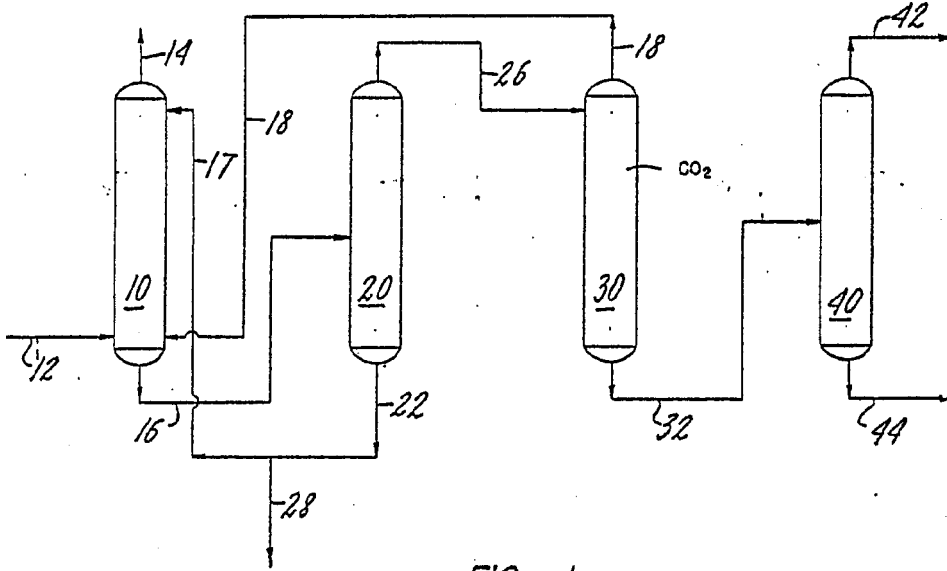


FIG. 1

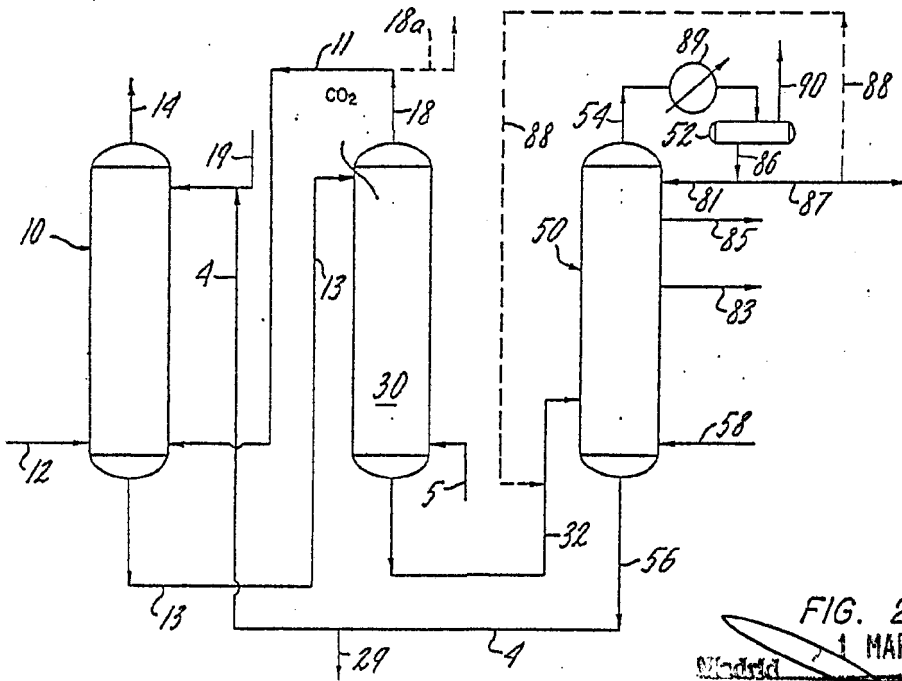


FIG. 2

1 MAR. 1979

Madrid  
J. M. GARCÍA RODRÍGUEZ  
por el Firmador J. Suárez Díez

ESCALA VARIABLE.





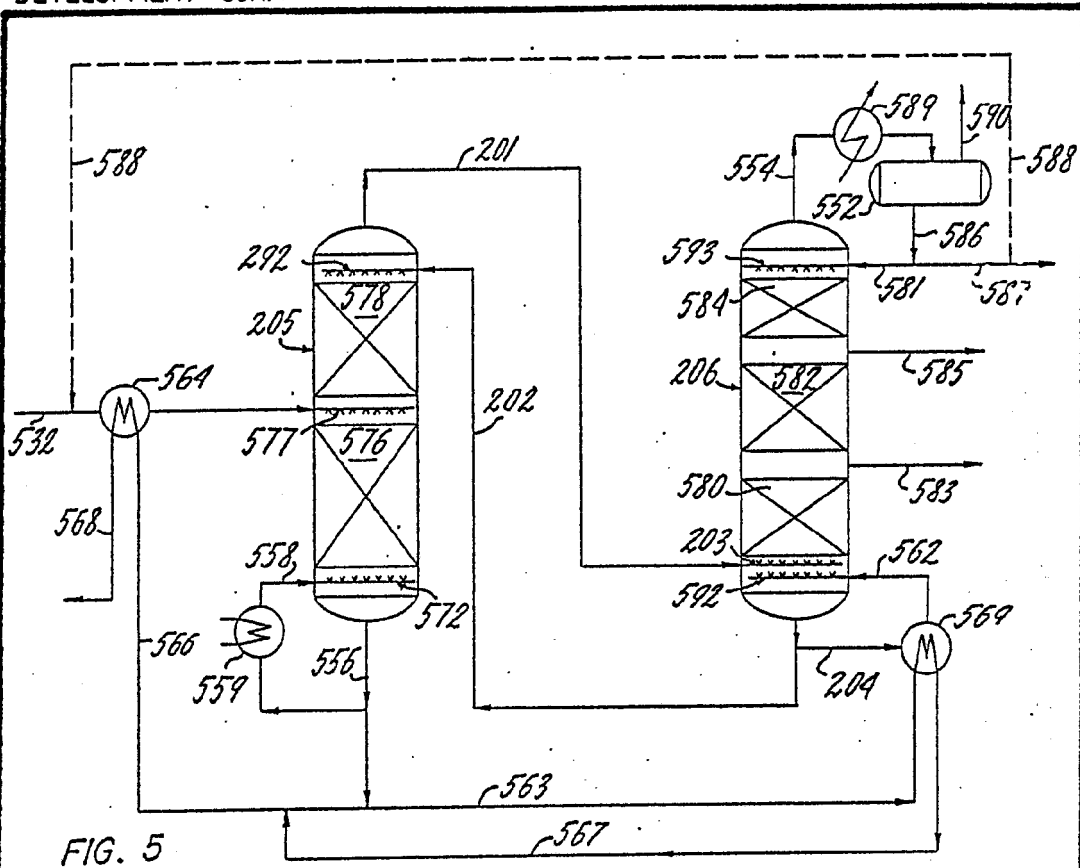


FIG. 5

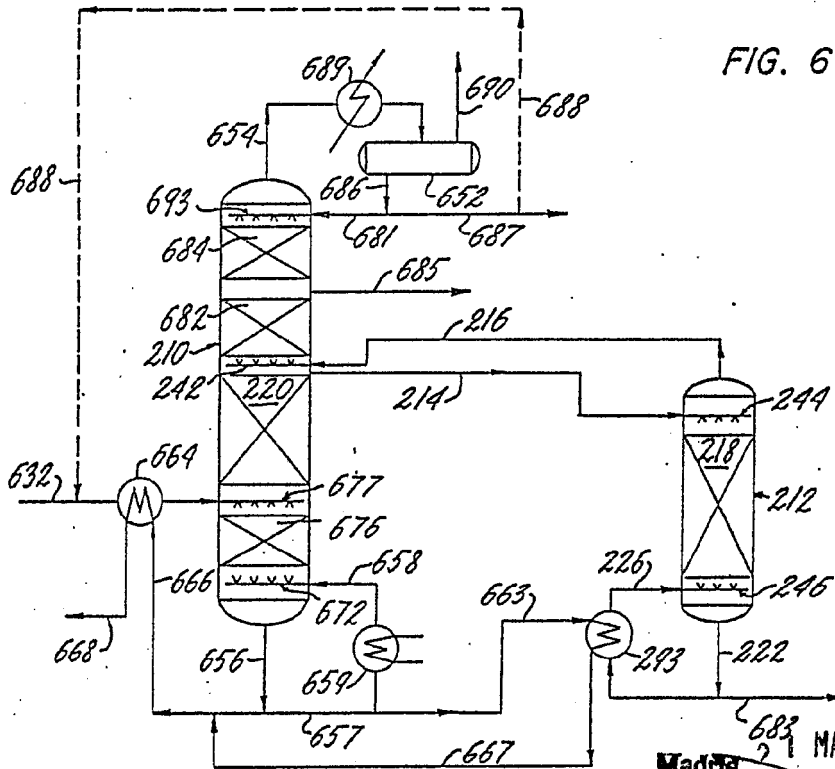


FIG. 6

ESCALA VARIABLE.

Madrid 21 MAR. 1979  
 J. M. GONZÁLEZ  
 p. p. Hrnador y Suarez Díez

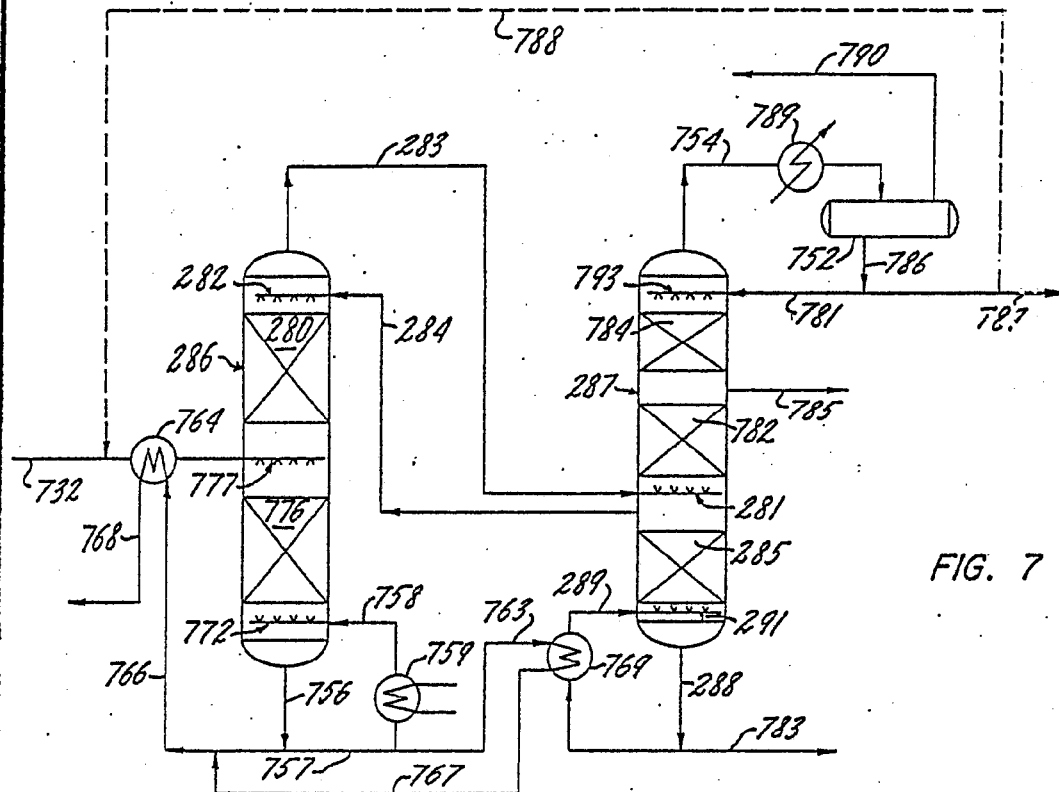
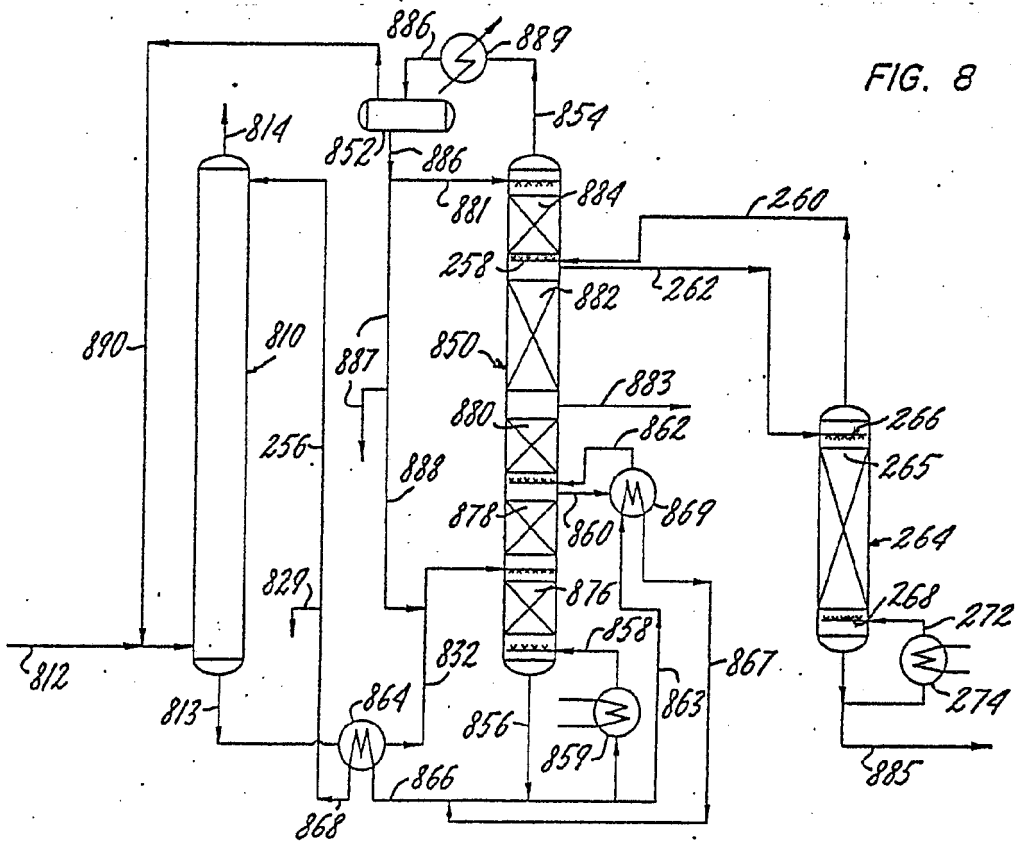


FIG. 7

1 MAR. 1979  
Madrid  
J. M. GÓMEZ AGUDO Y POMBO  
p. p. firmador J. Suarez Diaz

ESCALA VARIABLE.



1 MAR. 1979  
J. M. GOMEZ AGUIRRE Y COMPAÑIA  
Por el Encargado J. Suarez Diaz

ESCALA VARIABLE.

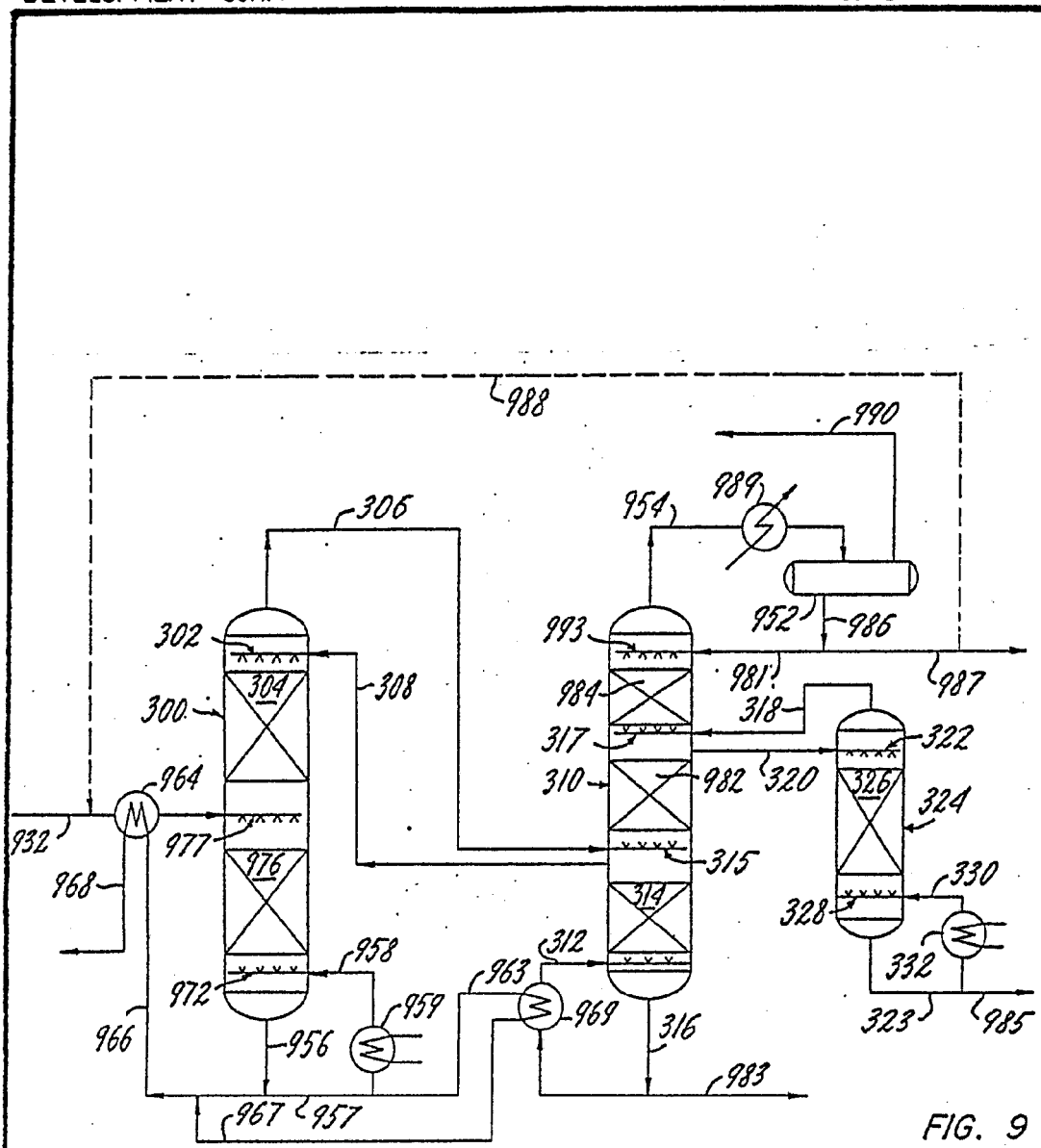


FIG. 9

1 MAR. 1979  
I. M. GOMEZ AGUIRRE Y COMPA  
p. pt Firmados J. Suarez Diaz

ESCALA VARIABLE.