

MÉTODOS Y SISTEMAS PARA EL TRATAMIENTO DEL ÓXIDO DE ETILENO

REFERENCIA CRUZADA A SOLICITUDES RELACIONADAS

[0001] Esta solicitud reivindica la prioridad de la Solicitud de Patente Provisional de los Estados Unidos No. 62/448,337, presentada el 19 de enero de 2017, que se incorpora aquí como referencia en su totalidad.

CAMPO

[0002] La presente descripción se refiere en general al tratamiento del óxido de etileno, y más específicamente a métodos y sistemas para el tratamiento del óxido de etileno para usar en reacciones de carbonilación.

ANTECEDENTES

[0003] El óxido de etileno se puede combinar con monóxido de carbono en presencia de un catalizador de carbonilación para formar beta-propiolactona o anhídrido succínico. Estos productos se pueden convertir en productos químicos básicos de 3C y 4C, como ácido acrílico glacial, tetrahidrofurano (THF) y 1,4-butanodiol. El acceso a estos productos depende, en parte, de la carbonilación de óxido de etileno a escala comercial. Se conocen varios desafíos en la técnica con respecto al manejo de óxido de etileno a escala comercial. Por lo tanto, lo que se desea en la técnica son métodos para tratar el óxido de etileno adecuado para usar en reacciones de carbonilación.

BREVE RESUMEN

[0004] En el presente documento se proporcionan métodos y sistemas que implican el tratamiento de una alimentación de óxido de etileno adecuada para su uso en reacciones de carbonilación. En algunos aspectos, se proporciona un método de tratamiento del óxido de etileno, que incluye:

humedecer un sólido eliminador de agua con un disolvente orgánico, óxido de etileno o una combinación de los mismos; y

poner en contacto continuamente el sólido eliminador de agua humedecido con una alimentación de óxido de etileno para producir una corriente de óxido de etileno tratada,

en donde la alimentación de óxido de etileno incluye óxido de etileno y tiene un contenido inicial de agua, la corriente de óxido de etileno tratada incluye óxido de etileno y tiene un contenido de agua, y el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratado es inferior al contenido de agua inicial; y

el contacto de el sólido eliminador de agua humedecido con la alimentación de óxido de etileno produce calor, en donde el calor producido es menor que el producido cuando se pone en contacto un sólido eliminador de agua no humedecido con una alimentación de óxido de etileno.

[0005] En algunos aspectos, se proporciona un método para proporcionar continuamente óxido de etileno a una zona de carbonilación, que incluye:

humedecer un sólido inorgánico de eliminación de agua con un disolvente orgánico, óxido de etileno o una combinación de los mismos;

poner en contacto continuamente el sólido inorgánico de eliminación de agua humedecido con una alimentación de óxido de etileno para producir una corriente de óxido de etileno tratada,

alimentar la corriente de óxido de etileno tratada a una zona de carbonilación; y

poner en contacto la corriente de óxido de etileno tratada con monóxido de carbono en presencia de un catalizador de carbonilación en la zona de carbonilación,

en donde la alimentación de óxido de etileno tiene un contenido de agua inicial, la corriente de óxido de etileno tratada tiene un contenido de agua, y el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada es menor que el contenido de agua inicial; y

el contacto produce calor, en donde el calor producido es menor que el producido cuando se pone en contacto un sólido inorgánico de eliminación de agua no humedecido, con una alimentación de óxido de etileno.

[0006] En algunas variaciones, poner en contacto la corriente de óxido de etileno tratada con monóxido de carbono en presencia de un catalizador de carbonilación en la zona de carbonilación produce un producto de carbonilación que puede incluir beta-propiolactona, anhídrido succínico, o una mezcla de los mismos.

[0007] En otro aspecto, en el presente documento se proporciona un sistema para el tratamiento de óxido de etileno, que incluye:

una fuente de óxido de etileno configurada para proporcionar una alimentación de óxido de etileno; y

una unidad de eliminación de agua que comprende una entrada configurada para recibir la alimentación de óxido de etileno, una salida configurada para producir una corriente de óxido de etileno tratada y un sólido eliminador de agua humedecido,

en donde la unidad de eliminación de agua está configurada para que la alimentación de óxido de etileno entre en contacto con el sólido eliminador de agua humedecido;

el sólido eliminador de agua humedecido se humedece con un disolvente orgánico, óxido de etileno o una mezcla de los mismos;

la alimentación de óxido de etileno comprende óxido de etileno y tiene un contenido de agua inicial, la corriente de óxido de etileno tratada comprende óxido de etileno y tiene un contenido de agua, y el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratado es inferior al contenido de agua inicial; y

el contacto produce calor, en donde el calor producido es menor que el producido cuando una alimentación de óxido de etileno se pone en contacto con un sólido eliminador de agua no humedecido.

[0008] En otro aspecto adicional, en el presente documento se proporciona un sistema para proporcionar continuamente óxido de etileno a una zona de carbonilación, que incluye:

una fuente de óxido de etileno configurada para proporcionar una alimentación de óxido de etileno;

una unidad de eliminación de agua que comprende una entrada configurada para recibir la alimentación de óxido de etileno, una salida configurada para producir una corriente de óxido de etileno tratada y un sólido eliminador de agua humedecido,

en donde la unidad de eliminación de agua está configurada para que la alimentación de óxido de etileno entre en contacto con el sólido eliminador de agua humedecido;

el sólido eliminador de agua humedecido se humedece con un disolvente orgánico, óxido de etileno o una mezcla de los mismos;

la alimentación de óxido de etileno comprende óxido de etileno y tiene un contenido de agua inicial, la corriente de óxido de etileno tratada comprende óxido de etileno y tiene un contenido de agua, y el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratado es inferior al contenido de agua inicial; y

el contacto produce calor, en donde el calor producido es menor que el producido cuando una alimentación de óxido de etileno se pone en contacto con un sólido eliminador de agua no humedecido; y

una zona de carbonilación que comprende una entrada configurada para recibir una corriente de óxido de etileno tratado,

en donde la zona de carbonilación es configurada para entrar en contacto con la corriente de óxido de etileno tratado con monóxido de carbono en presencia de un catalizador de carbonilación.

[0009] En algunas variaciones, poner en contacto de la corriente de óxido de etileno tratada con monóxido de carbono en presencia de un catalizador de carbonilación produce un producto de carbonilación que puede incluir beta-propiolactona, anhídrido succínico, o una combinación de los mismos.

[0010] En algunas variaciones de los métodos anteriores, la corriente de óxido de etileno tratada tiene un contenido de agua al menos un 50% más bajo que el contenido de agua inicial. En otras variaciones, el contenido de agua inicial es superior a 5 ppm, o el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada es inferior a 2 ppm, o ambos. En ciertas variaciones, poner en contacto el sólido eliminador de agua humedecido con la alimentación de óxido de etileno da como resultado menos del 10% en peso de óxido de etileno polimerizado, o menos del 10% en peso del óxido de etileno que es convertido en etilenglicol. En ciertas variaciones, el disolvente orgánico incluye un éter, tal como tetrahidrofurano.

DESCRIPCIÓN DETALLADA

[0011] En el presente documento se proporcionan métodos para tratar una alimentación de óxido de etileno adecuada para usar en reacciones de carbonilación. La presencia de

agua en el óxido de etileno puede provocar una variedad de efectos negativos en los procesos de carbonilación continua. Los métodos para eliminar el agua del óxido de etileno pueden incluir el uso de sólidos eliminadores de agua, como los tamices moleculares, para eliminar trazas de agua. Sin embargo, poner en contacto los sólidos eliminadores de agua con óxido de etileno puede ser exotérmico, produciendo calor que puede conducir a la homopolimerización del óxido de etileno y/o la reacción del óxido de etileno con agua. Estas reacciones secundarias pueden reducir los rendimientos de carbonilación y los productos secundarios pueden afectar el funcionamiento eficiente de los procesos continuos a escala comercial. Por lo tanto, en el presente documento se proporcionan métodos para eliminar el exceso de agua del óxido de etileno, mientras se controlan dichas reacciones secundarias.

[0012] En algunos aspectos, se proporcionan métodos para tratar una alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua para producir una alimentación de óxido de etileno tratada. En ciertas realizaciones, el contacto del óxido de etileno con un sólido eliminador de agua, como los tamices moleculares, puede resultar en la conversión del óxido de etileno en productos secundarios, como el poli (etilenglicol) y/o el etilenglicol. Sin querer limitarse a ninguna teoría, un aumento de la temperatura durante el contacto inicial del óxido de etileno con un sólido eliminador de agua puede provocar un calentamiento localizado, que puede promover reacciones secundarias que incluyen, por ejemplo, la polimerización del óxido de etileno para producir poli (etilenglicol), y/o la reacción de óxido de etileno con agua.

[0013] En algunas variaciones, los métodos incluyen controlar las condiciones de contacto entre una alimentación de óxido de etileno y un sólido eliminador de agua, de manera que, en comparación con si las condiciones no se controlaran, la cantidad de calor generado disminuye, se alcanza una menor temperatura de alimentación de óxido de etileno, o hay una reducción en las reacciones secundarias indeseables, o cualquier combinación de las mismas.

[0014] En ciertos aspectos, en el presente documento se proporcionan métodos para humedecer un sólido eliminador de agua y luego poner en contacto una alimentación de óxido de etileno con el sólido eliminador de agua humedecido para producir una corriente de óxido de etileno tratada. En otros aspectos, el contacto de una alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua humedecido produce menos calor, mantiene

una temperatura de óxido de etileno más baja y/o reduce las reacciones secundarias de óxido de etileno, en comparación con poner en contacto una alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua no humedecido. La corriente de óxido de etileno tratada puede experimentar procesos adicionales, como la carbonilación para producir beta-propiolactona y/o anhídrido succínico.

[0015] En otros aspectos, se proporcionan sistemas para poner en contacto una alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua humedecido para producir una corriente de óxido de etileno tratada. Estos métodos y los sistemas se describen con más detalle a continuación.

Métodos para tratar una alimentación de óxido de etileno

[0016] Como se describió anteriormente, en algunos aspectos, los métodos descritos en el presente documento incluyen el control de las condiciones de contacto entre la alimentación de óxido de etileno y el sólido eliminador de agua, de modo que la cantidad de calor generado disminuye, se alcanza una temperatura de óxido de etileno más baja, y/o hay una reducción en las reacciones secundarias indeseables, en comparación con si las condiciones no fueran controladas. Como se usa en el presente documento, el óxido de etileno también se puede denominar "OE".

[0017] En ciertas realizaciones, los métodos descritos en el presente documento incluyen el control de las condiciones de contacto entre una alimentación de óxido de etileno y un sólido eliminador de agua, de modo que la temperatura del óxido de etileno en la alimentación permanezca dentro de un cierto intervalo. En algunas variaciones, la alimentación de óxido de etileno se pone en contacto con un sólido eliminador de agua en un lecho adsorbente o de secado, y el control de las condiciones de contacto entre la alimentación de óxido de etileno y el sólido eliminador de agua da como resultado la temperatura del óxido de etileno en el lecho adsorbente o de secado que se mantiene dentro de un cierto rango. En algunas realizaciones, el control de las condiciones de contacto entre una alimentación de óxido de etileno y un sólido eliminador de agua reduce las reacciones secundarias no deseadas, tales como, por ejemplo, la polimerización de óxido de etileno y/o la reacción de óxido de etileno con agua para producir etilenglicol.

Humedecer el sólido eliminador de agua

[0018] Los métodos para controlar las condiciones de contacto pueden incluir, por ejemplo, humedecer el sólido eliminador de agua antes de entrar en contacto con la alimentación de óxido de etileno. El sólido eliminador de agua puede humedecerse con, por ejemplo, un disolvente, óxido de etileno, o una combinación de los mismos, antes de entrar en contacto con la alimentación de óxido de etileno. En ciertas realizaciones, los métodos se caracterizan porque la alimentación de óxido de etileno no se pone en contacto con un sólido eliminador de agua no humedecido.

[0019] Debe entenderse que el disolvente, el óxido de etileno o la combinación de los mismos utilizados para humedecer el sólido eliminador de agua puede, en algunas realizaciones, no contener agua, o contener solo trazas de agua. Por lo tanto, el sólido eliminador de agua puede humedecerse con un disolvente no acuoso, óxido de etileno no acuoso, o una combinación no acuosa de los mismos.

[0020] Sin limitarse a ninguna teoría, humedecer el sólido eliminador de agua con un disolvente antes de poner en contacto la alimentación de óxido de etileno o antes de establecer una alimentación continua de óxido de etileno puede reducir la cantidad de calor generado por el contacto, la temperatura de la alimentación de óxido de etileno y/o la cantidad de productos secundarios no deseados producidos en relación con el uso de un sólido eliminador de agua no humedecido. Por lo tanto, el uso de un sólido eliminador de agua humedecido puede, en algunas realizaciones, permitir que el agua se elimine de la alimentación de óxido de etileno mientras controla el calor y/o los productos secundarios generados. Esto puede aumentar el rendimiento de carbonilación en procesos posteriores opcionales, como la carbonilación de óxido de etileno para producir anhídrido succínico, beta-propiolactona o una combinación de los mismos.

[0021] Humedecer el sólido eliminador de agua puede incluir poner en contacto el sólido eliminador de agua con un disolvente, óxido de etileno o una combinación de los mismos hasta que la superficie del sólido se sature con disolvente, óxido de etileno o una combinación de los mismos.

[0022] En algunas variaciones, humedecer el sólido eliminador de agua comprende saturar las superficies externas del sólido eliminador de agua con el disolvente, óxido de etileno, o una combinación de los mismos. En algunas variaciones, el sólido eliminador

de agua comprende poros, y humedecer el sólido eliminador de agua comprende saturar las superficies dentro de los poros. En otras variaciones adicionales, el sólido eliminador de agua comprende partículas y poros, y en algunas realizaciones, humedecer el sólido eliminador de agua comprende tener disolvente, óxido de etileno, o una combinación de los mismos presente entre las partículas, dentro de los poros, o una combinación de los mismos.

[0023] En algunas realizaciones, el exceso de disolvente se elimina antes de poner en contacto el sólido eliminador de agua humedecido con la alimentación de óxido de etileno o antes de establecer una alimentación continua de óxido de etileno, mientras que en otras realizaciones no se elimina el exceso de disolvente. Debe entenderse que cuando se elimina el exceso de disolvente, aún puede haber disolvente en las superficies externas, las superficies dentro de los poros (si están presentes), entre las partículas (si están presentes) y dentro de los poros (si están presentes) del sólido eliminador de agua.

[0024] En algunas realizaciones, el sólido eliminador de agua se humedece con óxido de etileno. Esto se puede hacer introduciendo gradualmente óxido de etileno en el sólido eliminador de agua mientras se mantiene la temperatura del óxido de etileno dentro de un rango específico. En algunas realizaciones, el óxido de etileno es gaseoso, mientras que en otras realizaciones el óxido de etileno es líquido. En algunas realizaciones, el óxido de etileno se introduce en el sólido eliminador de agua como una mezcla, por ejemplo, como una combinación de óxido de etileno y un gas inerte, o una combinación de óxido de etileno y un disolvente.

[0025] En ciertas realizaciones, poner en contacto una alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua humedecido conduce a una polimerización del óxido de etileno al menos 99% menor, al menos 90% menor, al menos 80% menor, al menos 70% menor, al menos 60% menor, al menos 50% menor, al menos 40% menor, al menos 30% menor, al menos 20% menor, al menos 10% menor, al menos 5% menor, al menos 1% menor, entre 1% y 99% menor, entre 10% y 90% menor, entre 10% y 50% menor, entre 1% y 10% menor, o entre 1% y 20% menor que si la alimentación de óxido de etileno se pusiera en contacto con un sólido eliminador de agua que no fue humedecido.

[0026] En ciertas realizaciones, poner en contacto una alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua humedecido conduce a una conversión de óxido

de etileno en etilenglicol al menos 99% menor, al menos 90% menor, al menos 80% menor, al menos 70% menor, al menos 60% menor, al menos 50% menor, al menos 40% menor, al menos 30% menor, al menos 20% menor, al menos 10% menor, al menos 5% menor, al menos 1% menor, entre 1% y 99% menor, entre 10% y 90% menor, entre 10% y 50% menor, entre 1% y 10% menor, o entre 1% y 20% menor que si se pusiera en contacto la alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua que no fue humedecido.

[0027] En ciertas realizaciones, poner en contacto una alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua humedecido produce al menos 99% menos, al menos 90% menos, al menos 80% menos, al menos 70% menos, al menos 60% menos, al menos 50% menos, al menos 40% menos, al menos 30% menos, al menos 20% menos, o al menos 10% menos calor que el que se produce al poner en contacto un sólido eliminador de agua no humedecido con una alimentación de óxido de etileno.

[0028] En ciertas realizaciones, poner en contacto una alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua humedecido da como resultado menos del 15% en peso, menos del 10% en peso, menos del 5% en peso, menos del 1% en peso, menos del 0,5% en peso, o menos del 0,1% en peso de óxido de etileno polimerizado.

[0029] En ciertas realizaciones, poner en contacto una alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua humedecido da como resultado menos del 15% en peso, menos del 10% en peso, menos del 5% en peso, menos del 1% en peso, menos del 0,5% en peso, o menos del 0,1% en peso del óxido de etileno que se convierte en etilenglicol.

[0030] Se pueden incluir disolventes adecuados para humedecer el sólido eliminador de agua, por ejemplo, hidrocarburos, éteres, ésteres, nitrilos, o sulfonas, o cualquier mezcla de los mismos. En ciertas realizaciones, el sólido eliminador de agua se humedece con un disolvente que comprende un éter. En ciertas realizaciones, el éter se selecciona del grupo que consiste en tetrahidrofurano, 1,4-dioxano, etilenglicol dimetil éter, dietilenglicol dimetil éter, trietilenglicol dimetil éter, tetraetilenglicol dimetil éter, éter dietílico, éter difenílico, metil-*t*-butil éter, y cualquier combinación de los mismos. En ciertas realizaciones, el éter comprende tetrahidrofurano. En ciertas realizaciones, el éter comprende 1,4-dioxano. En ciertas realizaciones, el éter comprende dietilenglicol dimetil

éter. En ciertas realizaciones, el disolvente usado para humedecer el sólido eliminador de agua es el mismo disolvente utilizado en uno o más procesos posteriores, como la carbonilación opcional de la corriente de óxido de etileno tratada. En otras realizaciones, la alimentación de óxido de etileno en contacto con el sólido eliminador de agua comprende un disolvente, en donde el disolvente es el mismo disolvente usado para humedecer el sólido eliminador de agua.

Temperatura de contacto

[0031] En algunas realizaciones, el control de las condiciones de contacto entre la alimentación de óxido de etileno y el sólido eliminador de agua incluye poner en contacto la alimentación de óxido de etileno con el sólido eliminador de agua a una temperatura que no conduce a la polimerización, o conduce a una polimerización menor que al ponerse en contacto a una temperatura diferente. En una realización, la alimentación de óxido de etileno se pone en contacto con un sólido eliminador de agua a una temperatura inferior a 100°C, inferior a 70°C o inferior a 50°C. En ciertas realizaciones, poner en contacto la alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua a una temperatura inferior a 100 °C, inferior a 70 °C o inferior a 50 °C conduce a una polimerización del óxido de etileno al menos 99% menor, al menos 90% menor, al menos 80% menor, al menos 70% menor, al menos 60% menor, al menos 50% menor, al menos 40% menor, al menos 30% menor, al menos 20% menor, al menos 10% menor, al menos 5% menor, al menos 1% menor, entre 1% y 99% menor, entre 10% y 90% menor, entre 10% y 50% menor, entre 1% y 10% menor, o entre 1% y 20% menor que si la alimentación de óxido de etileno se pusiera en contacto con el sólido eliminador de agua a una temperatura mayor.

[0032] En ciertas realizaciones, la etapa de poner en contacto la alimentación de óxido de etileno con el sólido eliminador de agua se mantiene dentro del rango de aproximadamente -20 °C a aproximadamente 70 °C, de aproximadamente -15 °C a aproximadamente 40 °C, de aproximadamente -10 °C a aproximadamente 30 °C, de aproximadamente -10 °C a aproximadamente 20 °C, de aproximadamente -20 °C a aproximadamente 0 °C, de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 20 °C, o de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 50 °C.

[0033] En otras realizaciones, los métodos y procesos descritos en el presente documento incluyen el control de las condiciones de contacto entre la corriente de óxido de etileno y el sólido eliminador de agua, de manera que el contacto de la corriente de óxido de etileno con el sólido eliminador de agua aumenta la temperatura de la corriente de óxido de etileno en menos de 10 °C, 5 °C, menos de 4 °C, menos de 3 °C, menos de 2 °C, menos de 1 °C, menos de 0,5 °C, o Menos de 0,1 °C.

Sólido eliminador de agua

[0034] En ciertas realizaciones, el sólido eliminador de agua adsorbe agua. En algunas realizaciones, el sólido eliminador de agua es un sólido inorgánico. En algunas realizaciones, el sólido eliminador de agua es una zeolita, una composición de vidrio poroso, una arcilla o una sílice. En algunas realizaciones, el sólido eliminador de agua comprende un tamiz molecular.

[0035] En ciertas realizaciones, el sólido eliminador de agua comprende un tamiz molecular que tiene un tamaño de poro demasiado pequeño para admitir eficazmente moléculas de óxido de etileno. En algunas realizaciones, el tamaño de poro es inferior a 4,2 Å.

[0036] En ciertas realizaciones, el sólido eliminador de agua es un tamiz molecular, en donde el tamiz molecular tiene un tamaño de poro inferior a 4,2 Å, inferior a 4,0 Å, inferior a 3,8 Å, inferior a 3,6 Å, inferior a 3,4 Å, menos de 3,2 Å, o menos de 3,0 Å. En ciertas realizaciones, el sólido eliminador de agua es un tamiz molecular, en donde el tamiz molecular tiene un tamaño de poro de 3 Å o de 4 Å. En ciertas realizaciones, el sólido eliminador de agua comprende un tamiz molecular, en donde el tamiz molecular tiene una mezcla de tamaños de poros. En ciertas realizaciones, el tamiz molecular comprende un sólido inorgánico microporoso. En ciertas realizaciones, el tamiz molecular comprende una zeolita.

[0037] En otras variaciones, se puede usar cualquier combinación de los sólidos de eliminación de agua descritos en el presente documento.

Alimentación de óxido de etileno

[0038] La alimentación de óxido de etileno comprende óxido de etileno, y puede ser líquida, gaseosa, o una combinación de las mismas. En ciertas realizaciones, la

alimentación de óxido de etileno comprende un contenido de agua inicial, y poner en contacto la alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua produce una corriente de óxido de etileno tratada que tiene un contenido de agua inferior al contenido de agua inicial de la alimentación de óxido de etileno.

Contenido de agua

[0039] En ciertas realizaciones, la alimentación de óxido de etileno tiene un contenido de agua inicial por encima de 20 ppm, por encima de 10 ppm, por encima de 5 ppm, o por encima de 1 ppm. En algunas realizaciones, el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada es menor que 20 ppm, menor que 15 ppm, menor que 10 ppm, menor que 5 ppm, menor que 4 ppm, menor que 3 ppm, menor que 2 ppm, o menor que 1 ppm. En ciertas realizaciones, el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada es menor que 0,5 ppm, menor que 0,4 ppm, menor que 0,25 ppm, menor que 0,1 ppm, menor que 0,05 ppm, o menor que 0,01 ppm.

[0040] En ciertas realizaciones, la alimentación de óxido de etileno tiene un contenido de agua inicial superior a 20 ppm, y la corriente de óxido de etileno tratada tiene un contenido de agua de menos de 10 ppm. En ciertas realizaciones, la alimentación de óxido de etileno tiene un contenido de agua inicial por encima de 10 ppm, y la corriente de óxido de etileno tratada tiene un contenido de agua de menos de 5 ppm.

[0041] En ciertas realizaciones, la alimentación de óxido de etileno tiene un contenido de agua inicial entre aproximadamente 100 ppm y aproximadamente 500 ppm, entre aproximadamente 20 ppm y aproximadamente 200 ppm, entre aproximadamente 4 ppm y aproximadamente 200 ppm, entre aproximadamente 20 ppm y aproximadamente 100 ppm, entre aproximadamente 4 ppm y aproximadamente 100 ppm, y el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada es inferior a 10 ppm, inferior a 5 ppm, inferior a 2 ppm o inferior a aproximadamente 1 ppm.

[0042] En algunas realizaciones, la corriente de óxido de etileno tratada tiene un contenido de agua al menos un 50% más bajo, al menos un 40% más bajo, al menos un 30% más bajo, al menos un 20% más bajo o al menos un 10% más bajo que el contenido inicial de agua de la corriente de óxido de etileno.

Composición de la alimentación

[0043] En algunas realizaciones, la alimentación de óxido de etileno comprende entre 1% y 99% de óxido de etileno en peso, entre 2% y 90% de óxido de etileno en peso, entre 5% y 80% de óxido de etileno en peso, entre 5% y 70%.% de óxido de etileno en peso, entre 5% y 75% de óxido de etileno en peso, entre 10% y 90% de óxido de etileno en peso, entre 20% y 80% de óxido de etileno en peso, entre 20% y 70% de óxido de etileno en peso, entre 30% y el 40% en peso de óxido de etileno, o entre 40% y el 75% en peso de óxido de etileno.

[0044] En ciertas realizaciones, la alimentación de óxido de etileno comprende un disolvente. Los disolventes adecuados pueden incluir, por ejemplo, hidrocarburos, éteres, ésteres, nitrilos o sulfonas, o cualquier mezcla de los mismos. En ciertas realizaciones, la alimentación de óxido de etileno comprende óxido de etileno y un éter. En ciertas realizaciones, el éter se selecciona del grupo que consiste en tetrahidrofurano, 1,4-dioxano, etilenglicol dimetil éter, dietilenglicol dimetil éter, trietilenglicol dimetil éter, tetraetilenglicol dimetil éter, éter dietílico, éter difenílico, metil-*t*-butil éter, y cualquier combinación de los mismos. En ciertas realizaciones, el éter comprende tetrahidrofurano. En ciertas realizaciones, el éter comprende 1,4-dioxano. En ciertas realizaciones, el éter comprende dietilenglicol dimetil éter.

Poner en contacto la alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua

[0045] En ciertas realizaciones, la etapa de poner en contacto la alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua comprende hacer fluir continuamente la alimentación de óxido de etileno a través de un lecho fijo que comprende el sólido eliminador de agua. En ciertas realizaciones, la etapa de poner en contacto la alimentación de óxido de etileno con un sólido eliminador de agua comprende hacer fluir continuamente la alimentación de óxido de etileno a través de uno o más recipientes que contienen una suspensión del sólido eliminador de agua. En ciertas realizaciones, la alimentación de óxido de etileno está en contacto con el sólido eliminador de agua entre aproximadamente 0,5 y aproximadamente 240 minutos. En ciertas realizaciones, el tiempo que la alimentación de óxido de etileno está en contacto con el sólido eliminador de agua es suficiente para que el contenido de agua inicial en la alimentación de óxido de

etileno se reduzca al menos un 50%, en al menos un 75%, en al menos un 85%, al menos el 95%, en al menos el 95%, en al menos el 98% o en al menos el 99%. En ciertas realizaciones, el tiempo que la alimentación de óxido de etileno está en contacto con el sólido eliminador de agua es suficiente para que el contenido de agua inicial en la alimentación de óxido de etileno se reduzca al menos en un 5%, en al menos un 10%, en al menos un 20%, en al menos un 30%, o en al menos un 40%.

[0046] En ciertas realizaciones, los métodos o sistemas descritos en el presente documento comprenden dos o más columnas (o lechos de suspensión) del sólido eliminador de agua. Esto puede permitir, por ejemplo, que la alimentación de óxido de etileno gaseoso o líquido fluya a través de una primera columna que comprende el sólido eliminador de agua durante un primer intervalo, luego el flujo puede desviarse a una segunda columna que comprende sólido eliminador de agua durante un segundo intervalo. El flujo puede desviarse nuevamente para las columnas subsiguientes, por ejemplo, en un sistema o método que usa tres, cuatro, cinco, seis o más columnas (o lechos de suspensión). En ciertas realizaciones, una columna que comprende el sólido eliminador de agua se pone en contacto con la corriente de óxido de etileno durante un período de tiempo, la corriente de óxido de etileno se desvía a una o más columnas posteriores, se regenera el sólido eliminador de agua en la primera columna, y la columna regenerada de nuevo entra en contacto con la corriente de óxido de etileno. La regeneración del sólido eliminador de agua puede incluir el drenaje del líquido del sólido eliminador de agua, el desplazamiento de cualquier óxido de etileno residual con nitrógeno del ambiente, y luego calentar el sólido eliminador de agua a una temperatura de 150 ° C a 250 ° C bajo presión reducida (por ejemplo, al vacío) o bajo un flujo de gas inerte (por ejemplo, nitrógeno).

[0047] En ciertas realizaciones, el método incluye determinar la eficiencia de la eliminación de agua para determinar cuándo cambiar la alimentación de óxido de etileno a una columna posterior. Esto puede incluir, por ejemplo, analizar el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada que sale de una o más columnas y desviar la corriente a una o más columnas posteriores cuando el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada excede un cierto umbral. En otras realizaciones, determinar la eficiencia de eliminación de agua puede incluir determinar la cantidad de agua absorbida por una columna (o grupo de columnas) y comparar este valor con un cierto umbral para la capacidad de absorción de esa columna (o grupo de columnas). Por ejemplo, el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada puede cuantificarse y

compararse con el contenido de agua de la alimentación de óxido de etileno, y la cantidad de agua absorbida por la columna puede calcularse totalizando el caudal de óxido de etileno a lo largo del tiempo.

Sistemas para el tratamiento de óxido de etileno

[0048] En otro aspecto, se proporcionan sistemas para el tratamiento de una alimentación de óxido de etileno. En algunas realizaciones, el sistema incluye una fuente de óxido de etileno configurada para proporcionar una alimentación de óxido de etileno; y una unidad de eliminación de agua que comprende una entrada configurada para recibir la alimentación de óxido de etileno, una salida configurada para producir una corriente de óxido de etileno tratada, y un sólido eliminador de agua humedecido. En algunas variaciones, el sistema comprende además una unidad de monitoreo configurada para monitorear el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada.

[0049] Debe entenderse que cualquiera de las variaciones descritas anteriormente para los métodos proporcionados se aplica a los sistemas descritos en el presente documento. Por ejemplo, los sistemas descritos en el presente documento están configurados para recibir y utilizar las variaciones del sólido eliminador de agua y la alimentación de óxido de etileno, y tratar la alimentación de óxido de etileno

[0050] En ciertas realizaciones, la unidad de eliminación de agua está configurada para contactar la alimentación de óxido de etileno con el sólido eliminador de agua humedecido. En otras realizaciones, el sólido eliminador de agua humedecido se humedece con un disolvente orgánico, óxido de etileno o una mezcla de los mismos. La alimentación de óxido de etileno comprende óxido de etileno y tiene un contenido de agua inicial, y la corriente de óxido de etileno tratada comprende óxido de etileno y tiene un contenido de agua. En algunas realizaciones, el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada es menor que el contenido de agua inicial. Como se describió anteriormente, el contacto con la alimentación de óxido de etileno produce calor, y en algunas realizaciones, los sistemas descritos en este documento están configurados de manera que el calor producido es menor que el que se produciría al poner en contacto un sólido eliminador de agua no humedecido con una alimentación de óxido de etileno.

[0051] En ciertas realizaciones, la fuente de óxido de etileno está configurada para proporcionar continuamente una alimentación de óxido de etileno a la entrada de la unidad de eliminación de agua.

[0052] En algunas realizaciones, la alimentación de óxido de etileno que entra en la unidad de eliminación de agua está a una temperatura que no conduce, o minimiza, la homopolimerización del óxido de etileno entrar en contacto con el sólido eliminador de agua. En una realización, la alimentación de óxido de etileno entra en la unidad de eliminación de agua a una temperatura inferior a 100°C, inferior a 70°C o inferior a 50°C.

[0053] En ciertas realizaciones, la temperatura de la unidad de eliminación de agua está entre aproximadamente -20 °C a aproximadamente 70 °C, de aproximadamente -15 °C a aproximadamente 40 °C, de aproximadamente -10 °C a aproximadamente 30 °C de aproximadamente -10 °C a aproximadamente 20 °C, de aproximadamente -20 °C a aproximadamente 0 °C, de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 20 °C, o de aproximadamente 10 °C a aproximadamente 50 °C.

[0054] Como se describe anteriormente, la alimentación de óxido de etileno comprende óxido de etileno y opcionalmente un disolvente. En algunas realizaciones, el disolvente comprende un éter. En ciertas realizaciones, el éter se selecciona del grupo que consiste en tetrahidrofurano, 1,4-dioxano, etilenglicol dimetil éter, dietilenglicol dimetil éter, trietilenglicol dimetil éter, tetraetilenglicol dimetil éter, éter dietílico, éter difenílico, metil-*t*-butil éter, y cualquier combinación de los mismos. En ciertas realizaciones, el éter comprende tetrahidrofurano. En ciertas realizaciones, el éter comprende 1,4-dioxano. En ciertas realizaciones, el éter comprende dietilenglicol dimetil éter. En ciertas realizaciones, la alimentación de óxido de etileno comprende un disolvente, en el que el mismo disolvente se usa en uno o más procesos posteriores, como la carbonilación de óxido de etileno para producir beta-propiolactona, anhídrido succínico o una combinación de los mismos.

[0055] La alimentación de óxido de etileno que ingresa a la entrada de la unidad de eliminación de agua puede comprender entre el 10% en peso y el 90% en peso de óxido de etileno, entre el 20% en peso y el 80% en peso de óxido de etileno, entre el 20% en peso y el 70% en peso de óxido de etileno, entre el 30% en peso y el 40% en peso de óxido de etileno, o entre el 40% en peso y el 75% en peso de óxido de etileno. En ciertas

realizaciones, el porcentaje en peso de óxido de etileno en la alimentación de óxido de etileno está entre 1% en peso y 99% en peso, entre 2% en peso y 90% en peso, entre 5% en peso y 80% en peso, entre 5% en peso y 70% en peso, o entre 5% en peso y 75% en peso.

[0056] En ciertas realizaciones, la unidad de eliminación de agua está configurada para hacer fluir continuamente la alimentación de óxido de etileno a través de una zona de contacto donde entra en contacto con el sólido eliminador de agua humedecido. En ciertas realizaciones, la unidad de eliminación de agua comprende una o más lechos fijos o una o más lechos de suspensión que comprenden el sólido eliminador de agua. En ciertas realizaciones, el tiempo medio entre la alimentación de óxido de etileno que entra en la unidad de eliminación de agua desde la fuente de óxido de etileno y la corriente de óxido de etileno tratada que sale de la eliminación de agua está entre aproximadamente 0,5 y aproximadamente 240 minutos. En ciertas realizaciones, el tiempo que la alimentación de óxido de etileno está en contacto con el sólido eliminador de agua es suficiente para que el contenido de agua inicial en la alimentación de óxido de etileno entrante se reduzca al menos en un 50%, al menos un 75%, al menos un 85%, al menos el 95%, al menos el 95%, al menos el 98%, o al menos el 99%.

[0057] En ciertas realizaciones, la unidad de eliminación de agua comprende dos o más zonas de tratamiento paralelas, y está configurada para cambiar el flujo de la alimentación de óxido de etileno desde una primera zona de tratamiento (o grupo de zonas de tratamiento) a otra zona de tratamiento paralela (o grupo de zonas de tratamiento). Debe entenderse que cada zona de tratamiento puede comprender una o más columnas o reactores (o combinaciones de columnas y reactores). Cuando dos o más columnas o reactores están presentes en una zona de tratamiento, pueden agruparse en paralelo, en serie, o cualquier combinación de paralelo y serie.

[0058] En ciertas realizaciones, el sistema comprende además una unidad de monitorización. En algunas variaciones, la unidad de monitoreo está configurada para monitorear el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada, el contenido de agua inicial de la alimentación de óxido de etileno, o una combinación de los mismos. Esto puede incluir, por ejemplo, controlar el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada que sale de una o más columnas en una unidad de eliminación de agua.

[0059] En algunas variaciones, la unidad de monitoreo está configurada para monitorear la cantidad de agua eliminada por la unidad de eliminación de agua, o para monitorear la eficiencia de la unidad de eliminación de agua.

[0060] En algunas realizaciones, el contenido de agua, la cantidad de agua o la eficiencia monitoreada por la unidad de monitoreo se compara con un valor umbral. En algunas realizaciones, el valor umbral es de 5 ppm de agua, 3 ppm de agua, 10% en peso de agua o 5% en peso de agua. Por ejemplo, en algunas realizaciones, un aparato de monitoreo monitorea la cantidad de agua eliminada por la unidad de eliminación de agua, y esta cantidad se compara con un valor umbral de 10% en peso de agua o 5% en peso de agua. En algunas realizaciones, un aparato de monitoreo monitorea el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada, y este contenido se compara con un valor umbral de 5 ppm de agua, o 3 ppm de agua.

[0061] En algunas realizaciones, cuando el contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada, la cantidad de agua eliminada por la unidad de eliminación de agua, o la eficiencia de la unidad de eliminación de agua se aproxima a un valor umbral, la alimentación de óxido de etileno se cambia de una primera zona de tratamiento a una zona de tratamiento paralela. Por lo tanto, en algunas realizaciones, el sistema comprende además un aparato para cambiar la alimentación de óxido de etileno desde una primera zona de tratamiento a otra zona de tratamiento paralela. El contenido de agua de la corriente de óxido de etileno tratada o la cantidad de agua eliminada por la unidad de eliminación de agua se puede mantener por debajo de un cierto valor de umbral, o la eficiencia de la unidad de eliminación de agua se puede mantener por encima de un determinado valor de umbral, monitoreando con la unidad de monitoreo como se describe anteriormente y cambiando la alimentación de óxido de etileno de una primera zona de tratamiento a una zona de tratamiento paralela cuando se acerca el valor umbral.

[0062] Por ejemplo, en algunas realizaciones, el sistema comprende una unidad de monitoreo para medir la eficiencia de la unidad de eliminación de agua, y un aparato para cambiar la alimentación de óxido de etileno de una primera zona de tratamiento a otra zona de tratamiento paralela, de modo que la eficiencia de la etapa de eliminación de agua se puede mantener por encima de un valor umbral deseado.

[0063] En ciertas realizaciones, el sistema comprende además una unidad de regeneración para regenerar una o más zonas de tratamiento mientras que otra zona de tratamiento paralela está en uso. En ciertas realizaciones, el sistema comprende un aparato para purgar una zona de tratamiento de óxido de etileno antes de la regeneración del sólido eliminador de agua. La purga puede ser deseable para prevenir las reacciones del óxido de etileno residual durante la regeneración y para mitigar los peligros asociados con el calentamiento del vapor de óxido de etileno. En ciertas realizaciones, el aparato de purga incluye una fuente de vacío que puede acoplarse a la zona de tratamiento a regenerar. En algunas realizaciones, el aparato de purga incluye una fuente de gas inerte tal como nitrógeno o argón que puede acoplarse a la zona de tratamiento para regenerarse y opcionalmente una salida para que el gas inerte salga de la zona de tratamiento que se regenera. En ciertas realizaciones, el aparato de purga comprende una fuente de vacío, una fuente de gas inerte y un colector para afectar el acoplamiento alternativo de cada uno a la zona de tratamiento a regenerar. En ciertas realizaciones, el sistema comprende un aparato de depuración para la captura o destrucción de óxido de etileno purgado de la zona de tratamiento mediante la operación del aparato de purga. En ciertas realizaciones, los aparatos de depuración se acoplan al escape de la fuente de vacío y/o a una salida de gas inerte del aparato de purga. El aparato de depuración puede incluir, por ejemplo, baños de depuración acuosos, resinas reactivas, oxidantes térmicos, bengalas o combinaciones de los mismos. La regeneración de las zonas de tratamiento puede incluir, por ejemplo, la aplicación de calor y/o vacío y/o el flujo de un gas o fluido inerte a través de la zona de tratamiento.

[0064] En algunas realizaciones, el sistema comprende además una zona de carbonilación que comprende una entrada configurada para recibir la corriente de óxido de etileno tratada. Esta zona de carbonilación está, en ciertas realizaciones, configurada para contactar la corriente de óxido de etileno tratada con monóxido de carbono en presencia de un catalizador de carbonilación. En algunas realizaciones, poner en contacto la corriente de óxido de etileno tratada con monóxido de carbono en presencia de un catalizador de carbonilación produce un producto de carbonilación que comprende beta-propiolactona, anhídrido succínico, o una combinación de los mismos.

EJEMPLOS

[0065] Los siguientes ejemplos son meramente ilustrativos y no pretenden limitar de ningún modo ningún aspecto de la presente divulgación.

Ejemplo 1**Secado continuo de una corriente de alimentación de OE para un proceso de carbonilación de OE que utiliza la medición de agua en línea para el control**

[0066] Una entrada de óxido de etileno se suministra a través de una tubería desde una unidad de oxidación de etileno co-ubicada, donde la corriente de óxido de etileno tiene un contenido promedio de agua entre 10 ppm y 40 ppm. Antes de ingresar a un reactor de carbonilación de OE corriente abajo, la alimentación de óxido de etileno se bombea a una etapa de eliminación de agua que comprende seis columnas de lecho empaquetado, con camisa paralela, cada una de las cuales contiene 10,000 kg de tamices moleculares de 3 Å basados en zeolita. Antes de comenzar, cada una de las columnas se llena con tetrahidrofurano anhidro, y luego se drena el tetrahidrofurano de las columnas. Al inicio, dos de las columnas paralelas se alimentan con OE líquido de la tubería a un caudal total de 10 toneladas métricas/hora mientras que las camisas de las columnas activas están conectadas a un flujo de agua de enfriamiento a 10 °C. El contenido de agua del flujo de salida de cada una de las dos columnas se controla mediante la titulación Karl Fischer. Se monitorea la concentración de agua en el tiempo en las dos columnas.

[0067] Una vez que se encuentra que el contenido de agua de la columna 1 supera un umbral predeterminado de 3 ppm, la alimentación de OE a la columna 1 puede desviarse a una nueva columna que se haya regenerado recientemente. La columna 1 se purga mediante evacuación alternativa y lavado con nitrógeno hasta que un detector de OE en la salida registre menos de 50 ppm de OE en la corriente de nitrógeno que sale de la columna durante el lavado. En este momento, la camisa se drena de líquido refrigerante y se introduce y mantiene un flujo de vapor de 180 °C durante 6 horas. La columna se enfría luego con ayuda de agua templada a la camisa, y el tetrahidrofurano seco (THF) fluye a la columna desde un tanque de alimentación de THF que forma parte del reactor de carbonilación corriente abajo. Una vez que la columna se llena con THF, se mantiene en esta condición hasta que se necesite reemplazar otra columna agotada. Este ciclo se repite continuamente entre las seis columnas para mantener una corriente de alimentación

de OE constante que tiene menos de 3 ppm de agua al reactor de carbonilación corriente abajo.

Ejemplo 2

Secado continuo de una corriente de alimentación de OE para un proceso de carbonilación de OE utilizando tamices moleculares de 4 Å

[0068] Este ejemplo sigue el procedimiento descrito en el Ejemplo 1, excepto que las columnas de secado contienen tamices moleculares de 4 Å.

Ejemplo 3

Secado continuo de una corriente de alimentación de OE para un proceso de carbonilación de OE que utiliza temperaturas de columna más altas

[0069] Este ejemplo sigue el procedimiento descrito en el Ejemplo 1, excepto que las columnas de secado se mantienen a una temperatura de 40-50 °C durante la operación.

Ejemplo 4

Secado continuo de una corriente de alimentación de OE para un proceso de carbonilación de OE utilizando una solución de OE como alimentación

[0070] Este ejemplo sigue el procedimiento descrito en el Ejemplo 1, excepto que la corriente de OE del líquido de secado que se alimenta a la entrada de OE es una solución al 50% en peso de OE en tetrahidrofurano.

Ejemplo 5

Secado continuo de una corriente de alimentación de OE para un proceso de carbonilación de OE utilizando un aparato de medición de agua alternativo

[0071] Este ejemplo sigue el procedimiento descrito en el Ejemplo 1, excepto que el contenido de agua de la corriente de alimentación de OE que sale de las columnas se controla mediante espectroscopia de masas.

Ejemplo 6

Secado de una corriente de alimentación de OE para un proceso de carbonilación de OE utilizando tamices moleculares prehumedecidos

[0072] Se fabricó una columna de secado OE a partir de un cilindro de acero inoxidable de 50 ml con filtros soldados de 7 micrones, válvulas de bola serie 41G y accesorios apropiados, todos de Swagelok. El cilindro se empaquetó con tamices moleculares UOP EPG-2 (3 Å, varillas de 1/16 ") que posteriormente se activaron en un flujo de nitrógeno ($T = 240\text{ }^{\circ}\text{C}$). La columna con tamices activados se introdujo en una guantera y se trató con THF seco (1 mL), para controlar el calentamiento tras la adición de OE. La columna de tamiz activada y tratada se conectó luego a un cilindro OE y un sistema de depuración. Las muestras de OE anteriores y posteriores a la columna se recolectaron en un cilindro (tubo de 3" de longitud de ½" equipado con una tapa Swagelok, reductor y válvula de bola 41G). Antes de cada recolección, el cilindro de muestra se conectó a una línea Schlenk y se evacuó a <100 mTorr mientras se calentaba a 100 °C. Después de la recolección, se conectó una aguja a la válvula del cilindro de muestra mientras se purgaba con nitrógeno. La unidad de cilindro/aguja se transfirió rápidamente de la fuente de nitrógeno al tabique de entrada de un titulador Karl-Fisher (Mettler-Toledo C30), se insertó la aguja a través del tabique y la válvula se abrió lentamente para permitir que la muestra entrara en el titulador. Después de valorar cada muestra, se desechó el electrolito (Fluka Hydranal Coulomat AG), la celda se lavó con dos porciones de 50 mL y se llenó con 100 mL de electrolito nuevo. Los resultados se resumen en la Tabla 1 a continuación.

Tabla 1. Concentración de agua de la muestra de OE tomada antes y después del secado.

Muestra	Concentración de H ₂ O en la muestra (ppm)
Antes del secado	20,9
Después del secado	10,5