

PROCESO DE SEPARACIÓN DE CATALIZADORES

CAMPO DE LA INVENCION

La presente invención se relaciona con un proceso para separar y lavar un catalizador del licor madre usando una centrífuga de discos apilados equipada con una funcionalidad de autodescarga.

INTRODUCCIÓN

El tipo de centrífuga comúnmente conocido en la técnica anterior y usado para llevar a cabo la separación de un catalizador difícil de filtrar del licor madre es una centrífuga de tubo de centrifugación a escala de laboratorio. El problema con el proceso de la técnica anterior para separar tal catalizador difícil de filtrar del licor madre usando una centrífuga de tubo de centrifugado a escala de laboratorio es que la capacidad de un tubo de centrifugado se limita a unos pocos litros como máximo y el catalizador separado resultante necesita eliminarse manualmente, lo que limita aún más la capacidad de procesamiento. Esto resulta en un tiempo de separación más largo por gramo de material. Por ejemplo, el

tiempo de separación por gramo de material se reduce en al menos un factor de dos usando una centrífuga de discos a escala de laboratorio en lugar de una centrífuga de tubo de centrifugación en esta solicitud. Además, la centrífuga de tubo de centrifugación a escala de laboratorio no es factible para uso en una escala de planta piloto y una escala de planta comercial. Por lo tanto, existe la necesidad de un proceso de centrifugación para separar el catalizador del licor madre donde el tiempo para separar el catalizador, particularmente catalizadores no filtrables o difíciles de filtrar, del licor madre se reduce y para hacer el proceso factible en una escala piloto y/o una escala comercial. En base al tamaño de partícula del catalizador, especialmente cuando el catalizador tiene un tamaño inferior a 5 micras, no pueden usarse técnicas de filtración convencionales tales como filtraciones al vacío y a presión debido a que el flujo a través de un medio filtrante es muy reducido debido a la elevada resistencia de la torta depositada.

Hasta ahora, han habido pocas posibilidades en la técnica anterior relacionadas con los catalizadores y centrífugas. En un artículo de Laning, Steven J., "Chemical Interesterification of Palm, Palm Kernel and Coconut Oils", J. Am. Oil Chem. SOC., 1985, 62(2), 400-404; se hace una declaración general relacionada con un catalizador que se

neutraliza con agua y luego se pasa el catalizador a una operación de separación centrífuga y a una operación de secado.

En otro artículo de Inoue, T., Gunjishima, I., Okamoto, A., "Synthesis of Diameter-Controlled Carbon Nanotubes Using Centrifugally Classified Nanoparticle Catalysts", Carbon, 2007, 45 2164-2170; el uso de una centrífuga se menciona brevemente para la síntesis de nanotubos de carbono.

En los dos artículos anteriores, no se describe los tipos de centrifugación; sin embargo, una centrífuga común y muy conocida usada en la época de los dos artículos anteriores y para el tipo de separaciones descritas en las referencias antes mencionadas es la centrífuga de tubo de centrifugado de laboratorio mencionada anteriormente. Por ejemplo, CN107252740A describe una centrífuga para procesar un catalizador de revestimiento de construcción en donde la centrífuga es una centrífuga de tubo de centrifugación a escala de laboratorio. CN107252740A no describe el uso de una centrífuga a escala piloto o a escala de producción industrial (comercial).

En un artículo de Fayyazi et al., "Optimization of Biodiesel Production Over Chicken Egg Shell Derived CaO Catalyst in a Continuous Centrifugal Contactor Separator", Ind. Eng. Chem. Res. 2018, 57, 12742-12755; se menciona un separador de contacto centrífugo continuo para una reacción líquido-

líquido heterogénea catalizada. En este caso, el objetivo de la separación implica separar una fase líquida de otra fase líquida y no están implicadas partículas sólidas. Además, tal separador de contacto centrífugo descrito en el artículo anterior es un tipo de equipo/tecnología diferente de una centrífuga.

KR1241429B1 describe un método para fabricar un catalizador de electrodos para usar en células de combustible donde el método es adecuado para la producción en masa del catalizador al aplicar etapas de proceso de fabricación poscatalizador que incluyen una etapa en centrífuga y una etapa de lavado. La referencia anterior no especifica el tipo de centrífuga usada. Sin embargo, en la página 7, línea [0037] de KR1241429B, se menciona el uso de una centrífuga continua a 3000 fuerza G hasta 150.000 fuerza G y una etapa de lavado con agua de 40 l/h. A partir de la vaga descripción de la centrífuga en KR1241429B, el experto en la técnica puede suponer que la centrífuga usada en el proceso de referencia anterior se refiere a una centrífuga de tipo tubular (p. ej., una centrífuga usada para la separación de isótopos nucleares) que es muy diferente de la centrífuga de discos, y aunque la descarga de líquido es continua, la eliminación de sólidos es una operación manual.

Como se ilustró anteriormente, se han usado varios catalizadores, centrifugaciones, y lavados; y el tipo de centrífuga utilizado más comúnmente es una centrífuga de tubo de centrifugación de laboratorio. Sin embargo, aunque las centrífugas de discos apilados están comercialmente disponibles para su uso a escala de producción, la técnica anterior no se centra específicamente en un proceso de separación por centrífuga de catalizadores o en el uso de centrífugas de discos apilados para la separación de catalizadores. Por lo tanto, sería deseable proporcionar un proceso para la separación del catalizador usando una centrífuga de discos apilados.

SUMARIO

Una modalidad de la presente invención se dirige a un proceso para separar un catalizador del licor madre usando una centrífuga de discos apilados equipada con una funcionalidad de descarga automática. La centrífuga de discos apilados es capaz de descargar sólidos aislados a intervalos bien definidos en un lapso de tiempo corto (p. ej., 0,1 s a 10 s) evitando de esta manera la recuperación manual del catalizador y la limpieza de la centrífuga. Por ejemplo, en una modalidad preferida, se usa una centrífuga de discos apilados

para separar un catalizador presente en una suspensión (p. ej., una suspensión de cianuro bimetálico [DMC]) al proporcionar la fuerza centrífuga necesaria (p. ej., de 8000 g a 15.000 g) y al tener una función de autodescarga. La centrífuga de discos apilados se usa con éxito a escala piloto y puede ampliarse fácilmente a escalas de producción. El centrifugado resultante producido a partir de la centrifugación usando una centrífuga de discos apilados es visiblemente clara con un contenido total de sólidos suspendidos de $< 0,2 \%$ en peso. La cantidad total de suspensión puede procesarse sin abrir el tazón de la centrífuga de discos apilados, permitiendo de esta manera una operación sustancialmente continua.

Otra modalidad de la presente invención se dirige a un proceso de separación de partículas finas de catalizador (por ejemplo, partículas de tamaño $< 5 \mu\text{m}$) de una suspensión usando una centrífuga de discos apilados y lavando después las partículas finas de catalizador. En esta modalidad, el proceso incluye la etapa de inyección de una pequeña cantidad (p. ej., $< 0,5 \text{ L}$ a 1 L) de un líquido de lavado en la centrífuga para facilitar la descarga de la torta. Es muy conocido que los sólidos del catalizador restantes en una centrífuga, después de la centrifugación, se mezclan con el residuo líquido y forman una pasta espesa que es difícil de fluir y descargarse de la centrífuga. El proceso de la presente invención mejora

beneficiosamente la capacidad de la pasta espesa para descargarse de la centrífuga.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LAS FIGURAS

La Figura 1 es una vista esquemática en perspectiva de una centrífuga de discos apilados.

La Figura 2 es una vista en sección transversal tomada a lo largo de la línea 2-2 de la Figura 1.

La Figura 3 es un diagrama de flujo esquemático de un proceso de la presente invención.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCION

“Suspensión” en la presente descripción significa una mezcla de partículas sólidas de catalizador y un líquido solvente

La “función de descarga automática de sólidos” en la presente descripción significa una operación controlada por temporizador que resulta en la descarga de la torta húmeda que contiene sólidos catalizadores desde el tazón de discos apilado.

El término “centrifugado” de la presente descripción significa el líquido que sale del recipiente de discos apilados después de eliminar la mayoría de las partículas sólidas del catalizador.

“Torta húmeda” en la presente descripción significa una torta que comprende principalmente sólidos catalizadores y algún licor madre o solvente.

“Licor madre” en la presente descripción significa la mezcla de solvente usada en la etapa de síntesis del catalizador. Esta es la parte de la solución que queda después de que las partículas de catalizador se han precipitado.

“Depurar” y “depuración(es)” en la presente descripción significan descargar la torta de sólidos de catalizador de un tazón de discos apilados.

Como se usan en toda esta especificación, las abreviaturas mencionadas a continuación tienen los siguientes significados, a menos que el contexto indique claramente de cualquier otra manera: “=” significa “igual a”; @ significa “a”; “<” significa “menor que”; “>” significa “mayor que”; “≥” significa “mayor que o igual a”; “≤” significa “menor que o igual a”; g = gramo(s); mg = miligramo(s); kg = kilogramos; l = litro(s); ml = mililitro(s); l/h = litro(s) por hora; ml/min = mililitro(s) por minuto; M_w = peso molecular en peso; m = metro(s); m^3/h = metros cúbicos por hora; M_n = peso molecular promedio en números; M_w/M_n = distribución de peso molecular; μm = micrones; μl = microlitros; mm = milímetro(s); cm = centímetro(s); min = minuto(s); s = segundo(s); h = hora(s); °C = grado(s) Celsius; mPa.s = milipascales-segundos; psig = libras por pulgada cuadrada manométrica; kPa = kilopascales; fuerza G = multitud de fuerzas gravitacionales; % = por ciento; vol % = porcentaje en volumen; y % en peso = porcentaje en peso.

Todos los porcentajes indicados en la presente son porcentajes en peso (% en peso), a menos que se indique lo contrario.

Las temperaturas están en grados Celsius (°C) y “temperatura ambiente” significa entre 20 °C y 25 °C, a menos que se especifique de cualquier otra manera.

En una modalidad amplia, la presente invención proporciona un proceso para extraer un componente de catalizador de una suspensión que contiene catalizador o suspensión acuosa al separar el componente de catalizador (fase sólida) del licor madre o solvente de la suspensión (fase líquida) usando una centrífuga de discos apilados equipada con funcionalidad de descarga automática. La suspensión que contiene catalizador o suspensión acuosa (en la presente “suspensión de catalizador”) incluye una mezcla de: (a) al menos un compuesto de catalizador (b) al menos un componente líquido, y (c) puede contener uno o más componentes disueltos o no disueltos. Por ejemplo, en una modalidad, el catalizador presente en la suspensión de catalizador puede ser un catalizador único o una combinación de dos o más catalizadores; y el componente líquido presente en la suspensión de catalizador puede ser uno o más componentes líquidos. En una modalidad, el componente líquido es una solución acuosa. También pueden añadirse componentes opcionales a la suspensión de catalizador si se desea.

En la presente invención puede usarse cualquier catalizador que tenga una gravedad específica mayor que el líquido madre usado en combinación con el catalizador. Por ejemplo, el catalizador presente en la suspensión de catalizador puede incluir uno o más compuestos catalizadores

diferentes que incluyen, por ejemplo, cianuro bimetálico (DMC), cianuro multimetálico, compuestos de aluminio, y mezclas de estos. En una modalidad preferida, el compuesto de catalizador presente en la suspensión de catalizador puede incluir un catalizador de DMC.

Los ejemplos de compuestos de aluminio útiles incluyen compuestos de trialquilaluminio tales como trimetilaluminio, trietilaluminio, tribencilaluminio y lo similar; alcóxidos de aluminio tales como trimetóxido de aluminio, trietóxido de aluminio, triisopropóxido de aluminio, tri-*t*-butóxido de aluminio, tri-*sec*-butóxido de aluminio y lo similar; arilóxidos de aluminio como el fenóxido de aluminio y los fenóxidos de aluminio en los que uno o más de los grupos fenóxidos se sustituyen en anillo con uno o más de alquilo, CF_3 , ciano, COCH_3 , halógeno, hidroxilo, alcoxilo y lo similar; óxido de aluminio; carboxilatos de aluminio como formiato de aluminio, acetato de aluminio, propionato de aluminio, 2-etilhexanoato de aluminio, benzoato de aluminio, benzoatos de aluminio en los que uno o más de los grupos benzoato se sustituyen en anillo con uno o más de alquilo, CF_3 , ciano, COCH_3 , halógeno, hidroxilo, alcoxilo y similares, salicilato de aluminio, salicilato de aluminio 3,5-di-*t*-butilo; amidas de aluminio tal como tris(dimetilamida) de aluminio, tris(dietilamida)

de aluminio, tris(difenilamida) de aluminio, tris(di(trimetilsilil) amida) de aluminio y lo similar; acetilacetonato de aluminio; t-butilacetilacetonato de aluminio; y óxidos y alcóxidos de alquilaluminio tal como etóxido de dietilaluminio, etóxido de dimetilaluminio, isopropóxido de dietilaluminio, isopropóxido de dimetilaluminio, metilaluminoxano, tetraetildialuminoxano y lo similar.

La cantidad de compuesto de catalizador en la suspensión de catalizador de la presente invención puede ser, por ejemplo, de 0,01 % en peso a 15 % en peso en una modalidad, de 0,5 % en peso a 10 % en peso en otra modalidad, y de 1 % en peso a 6 % en peso en aun otra modalidad. Más de 15 % en peso de sólidos de catalizador pueden resultar en (1) una acumulación más rápida de sólidos en el tazón de discos apilados de lo que el tazón puede descargar; y (2) una elevada pérdida de sólidos en el centrado, ambos resultados son indeseables.

El componente líquido presente en la suspensión de catalizador de la presente invención puede incluir uno o más compuestos líquidos que incluyen, por ejemplo, agua, t-butanol, 2-butanol, y polioles de poliéter, y mezclas de estos. El componente líquido presente en la suspensión de catalizador puede ser un componente de fase acuosa única,

sistema bifásico, o sistema que contiene un componente de fase orgánica, y mezclas de estas, siempre que el catalizador tenga una gravedad específica mayor que el componente líquido usado en la presente invención.

En una modalidad preferida, el compuesto líquido, distinto del agua, puede incluir compuestos comercialmente disponibles tales como VORANOL™ P 4000 (un poliol de poliéter de 4000 M_w , en lo sucesivo "P 4000") (disponible de The Dow Chemical Company); y mezclas de P 4000 con otros compuestos líquidos.

La cantidad de compuesto líquido presente en la suspensión de la presente invención puede ser, por ejemplo, de 85 % en peso a 99,99 % en peso en una modalidad, de 90 % en peso a 99,5 % en peso en otra modalidad, y de 94 % en peso a 99 % en peso en aun otra modalidad.

Además de los componentes anteriores (a) y (b) de la suspensión, la suspensión puede incluir también otros compuestos opcionales, aditivos, agentes o componentes (c) adicionales; y tales compuestos opcionales pueden añadirse a la mezcla de suspensión en combinación con cualquiera de los componentes (a) o (b) o con ambos componentes (a) y (b); o el componente opcional puede añadirse como una adición separada. Los aditivos o agentes opcionales que pueden usarse en la presente invención pueden incluir uno o más compuestos

opcionales conocidos en la técnica por su uso o función. Por ejemplo, los aditivos, agentes o componentes opcionales pueden incluir secbutóxido de aluminio, isopropóxido de aluminio, óxido de aluminio; y mezclas de estos.

La cantidad de compuesto opcional usado para adicionar a la mezcla puede ser, por ejemplo, de 0 % en peso a 5 % en peso en una modalidad, de 0,01 % en peso a 2 % en peso en otra modalidad y de 0,5 % en peso a 1,0 % en peso en aun otra modalidad.

En un proceso de fabricación para producir un catalizador, el producto resultante formado es típicamente una suspensión que contiene catalizador en donde las partículas sólidas no disueltas están presentes en una fase líquida. Generalmente, el proceso de la presente invención incluye añadir a la suspensión que contiene catalizador otros compuestos tales como agua para formar una suspensión de catalizador acuosa que puede someterse a una etapa de proceso de centrifugación. Por ejemplo, los componentes (a) - (c) se mezclan entre sí para formar la suspensión que luego se introduce en una centrífuga. Los ingredientes que componen la composición de suspensión de catalizador pueden mezclarse entre sí mediante cualquier proceso y equipo de mezcla conocidos. El orden de mezcla de los ingredientes no es crítico y pueden mezclarse dos o más compuestos seguido de la

adición de los ingredientes restantes. La mezcla de los componentes puede llevarse a cabo a una temperatura de 10 °C a 80 °C en una modalidad; de 15 °C a 60 °C en otra modalidad; y de 20 °C a 40 °C en aun otra modalidad.

Como una ilustración de la presente invención, y sin limitarse de esta manera, puede prepararse una suspensión de catalizador de DMC al mezclar una solución acuosa de cloruro de zinc y una solución que contiene hexacianocobaltato de potasio (KHCC), terc-butanol (t-BuOH), y agua para formar una mezcla en un recipiente del reactor. Después, se puede añadir un poliol de óxido de propileno a la mezcla en el recipiente del reactor. La temperatura del proceso en el recipiente del reactor puede controlarse a una temperatura deseada tal como a 30 °C. La mezcla resultante formada es una suspensión de catalizador de DMC.

Una de las propiedades ventajosas que exhibe la suspensión de catalizador resultante producida de acuerdo con el proceso descrito anteriormente, puede incluir, por ejemplo, que la suspensión sea bombeable y pueda bombearse usando bombas convencionales sin ningún equipo o condiciones de proceso especiales.

En una modalidad general, el proceso de centrifugación de la presente invención para procesar una suspensión de catalizador y separar el catalizador del licor

madre de la suspensión incluye usar una centrífuga de discos apilados equipada con una funcionalidad de descarga automática. La centrífuga de discos apilados (conocida además como “centrífuga de tazón de discos”) usada en la presente invención se describe, por ejemplo, en Perry's Chemical Engineers Handbook y puede ser cualquier centrífuga de tazón de discos que se conoce en la industria de las centrífugas.

Con referencia a la Figura 1, se muestra una centrífuga de discos apilados, indicada generalmente por el número de referencia 10. La centrífuga 10 se conecta operativamente a un motor, generalmente indicado por el número de referencia 40; y ambas piezas del equipo (centrífuga 10 y motor 40) se sitúan sobre una base o plataforma, indicada generalmente por el número de referencia 50. La centrífuga 10 incluye un alojamiento 11 para alojar una unidad de rotación interna, generalmente indicada por el número de referencia 20, como se muestra en la vista en sección transversal de la Figura 2. La centrífuga 10 incluye además un conducto de entrada 12 para introducir una alimentación de suspensión 32 en la centrífuga 10; y la centrífuga 10 incluye conductos de salida 13 para descargar un flujo de centrifugado 33 de la centrífuga 10. Además, la centrífuga 10 incluye un conducto de salida 14 para descargar un flujo de suspensión 34 de la centrífuga 10.

Con referencia a la Figura 2, se muestra una vista en sección transversal de los elementos internos de la unidad giratoria 20 alojada en el alojamiento 11 de la centrífuga de discos apilados 10. La unidad giratoria 20 incluye, por ejemplo, un cuerpo de tazón superior 21; un cuerpo de tazón inferior 22 y una pluralidad de miembros en forma de disco 23. Además, el conjunto giratorio 20 incluye un vástago o varilla giratoria 24 integral con el cuerpo 22 para hacer girar el cuerpo de la centrífuga 21, el cuerpo de la centrífuga 22, y los miembros en forma de disco 23 en la dirección mostrada por la flecha direccional 31.

Nuevamente con referencia a la Figura 2, se muestra una abertura o entrada 25, ubicada en el cuerpo superior 21, para alimentar una suspensión 32 en la centrífuga 10 y unidad giratoria 20; una salida o escape 26, situado en el cuerpo superior 21, para descargar un flujo del centrifugado 33; una salida u orificio de escape 27, ubicado hacia el cuerpo inferior 22, para descargar un flujo de suspensión 35 que sale de la unidad giratoria 20 a través del orificio 27 y la centrífuga 10 a través del conducto 14 a medida que la centrífuga 10 está en operación.

La centrífuga de discos apilados 10 puede aplicar una fuerza centrífuga de 4000 veces la fuerza G a 14.000 veces la fuerza G en una modalidad, de 5000 veces la fuerza G a

12.000 veces la fuerza G en otra modalidad, y de 6000 veces la fuerza G a 10.000 veces la fuerza G en otra modalidad. En base a la fuerza centrífuga anterior aplicada en el proceso, el tiempo de separación puede reducirse significativamente. Por ejemplo, el tiempo total de procesamiento del proceso, que puede incluir, por ejemplo, cargar, separar, descargar los sólidos y limpiar los equipos, puede reducirse hasta un 50 % en una modalidad, del 10 % al 40 % en otra modalidad, y del 20 % al 30 % en otra modalidad.

La centrífuga de discos apilados es idealmente adecuada para separar partículas de 0,05 μm a 100 μm de tamaño en una modalidad general; de 0,1 μm a 50 μm en otra modalidad; y de 0,5 μm a 10 μm en aun otra modalidad. La centrífuga de discos apilados también es idealmente adecuada para separar partículas en concentraciones de 0,01 % en peso a 15 % en peso en una modalidad general; de 0,5 % en peso a 10 % en peso en otra modalidad; y de 1 % en peso a 6 % en peso en aun otra modalidad.

La capacidad de la centrífuga de discos apilados útil en la presente invención puede depender de diversos factores tales como el tamaño del tazón de disco y la facilidad/dificultad de separación de las partículas. Por ejemplo, como ilustración de la centrífuga de discos apilados con un tazón autolimpiable intermitente en la presente

invención, y sin limitarse de esta manera, la centrífuga de discos apilados puede ser una Westfalia SA-1. Esta centrífuga, por ejemplo, tiene una capacidad máxima de 0,001 l/h a 300 l/h en una modalidad general; de 0,020 l/h a 50 l/h en otra modalidad; y de 0,030 l/h a 0,2 l/h en aun otra modalidad. En otras modalidades, los diferentes modelos de centrífuga tienen diferentes capacidades.

Como se mencionó anteriormente, la centrífuga de discos apilados usada en la presente invención está equipada con una función de descarga automática de sólidos para separar los sólidos del catalizador del licor madre de una suspensión. Con referencia a la Figura 3, por ejemplo, se muestra un diagrama de flujo esquemático de una amplia modalidad del proceso de separación del catalizador de la presente invención, indicado generalmente por el número de referencia 60, que incluye las siguientes etapas:

Etapla (a): Proporcionar una centrífuga de discos apilada equipada con una función de descarga automática de sólidos como se indica en el número 61.

Etapla (b): Proporcionar una suspensión que contiene catalizador como se indica en el número 62.

Etapla (c): Alimentar la suspensión que contiene catalizador a la centrífuga de discos apilados como se indica en el número 63.

Etapa (d): Centrifugar, en la centrífuga de discos apilados, la suspensión que contiene catalizador para formar una torta y centrifugado; y eliminar el centrifugado sustancialmente de manera continua de la centrífuga de discos apilados durante esta etapa de centrifugación como se indica en el número 64.

Etapa (e): Eliminar el material de la torta de la centrífuga de discos apilados automáticamente a un intervalo preestablecido con ayuda en parte de un líquido de lavado como se indica en el número 65.

Etapa (f): Opcionalmente, añadir líquido de lavado adicional al catalizador descargado para completar el lavado como se indica en el número 66.

Una modalidad preferida del proceso de separación de catalizador de la presente invención incluye las siguientes etapas:

Etapa (1): Proporcionar una centrífuga de discos apilados equipada con una función de descarga automática de sólidos. Esta etapa (1) puede incluir además establecer los parámetros de operación de la centrífuga de la etapa (1), por ejemplo, al establecer el temporizador de duración de la alimentación y separación en el panel de control de la centrífuga a un período de tiempo de 10 min a 50 min; y establecer el temporizador de duración de apertura del

recipiente en el panel de control de la centrífuga a un período de tiempo 0,1 s a 1,0 s.

La apertura/cierre del tazón se acciona hidráulicamente. Por ejemplo, la línea de presión de agua de operación hacia la centrífuga se ajusta de 21 psig (144,8 kPa) a 36 psig (248,2 kPa).

Etapas (2): Proporcionar una suspensión que contiene catalizador.

Etapas (3): Accionar la centrífuga y permitir que la centrífuga alcance su máxima velocidad del tazón. Por ejemplo, como ilustración de la centrífuga de discos apilados útil en la presente invención, y sin limitarse de esta manera, la centrífuga de discos apilados puede ser un modelo SA-1. Para el modelo SA-1, la velocidad máxima de la centrífuga corresponde a una fuerza centrífuga de, por ejemplo, 8.000 g; y la velocidad máxima de la centrífuga se alcanza en un período de tiempo de, por ejemplo, 300 s. En otras modalidades, diferentes modelos de centrífuga tienen diferentes fuerzas g y diferentes tiempos de aceleración.

Etapas (4): Alimentar la suspensión en la centrífuga, por ejemplo, al establecer una velocidad de bomba de alimentación de suspensión a una velocidad de 1,2 l/h a 12,0 l/h. Una vez que el recipiente se llena, se observa el centrifugado claro que sale por la línea de salida de la

centrífuga y se recoge en un botellón. El análisis del total de sólidos suspendidos se realiza en este centrifugado y el contenido de sólidos es de 0,001 % en peso a 0,02 % en peso.

La centrifugación puede realizarse a una temperatura de hasta 170 °C en una modalidad, de 10 °C a 100 °C en otra modalidad, y de 20 °C a 50 °C en aun otra modalidad. A temperaturas de centrifugación menores que 10 °C, el líquido puede volverse demasiado viscoso como para fluir; y a temperaturas de centrifugación mayores que 170 °C, el sello y el motor que hacen girar la centrífuga pueden no ser capaces de soportar el calor y el motor podría dejar de operar.

La torta húmeda obtenida después de la separación se resuspende en una solución de lavado que contiene al menos agua y cualquier otro líquido tal como t-BuOH, y P 4000, para eliminar cualquier compuesto no deseado. Generalmente, un proceso típico de síntesis del catalizador involucra un total de tres lavados y cuatro etapas de centrifugación. Las etapas de resuspensión se realizan a 20 °C hasta 40 °C y en una atmósfera inerte.

Etapas (5): Depurar los sólidos del catalizador de la centrífuga tras un periodo de tiempo de centrifugación. Por ejemplo, después de 10 minutos de centrifugación, el tazón de la centrífuga se abre durante 0,5 segundos, tiempo

durante el cual los sólidos de catalizador se depuran (descargan) desde la centrífuga hasta un recipiente receptor. La Etapa (5) de depuración se realiza en una atmósfera inerte a temperatura ambiente.

Etapa (6): Se acciona la bomba y se alimenta la suspensión a la centrífuga continuamente de tal manera que la separación sea una operación sustancialmente continua. Por “sustancialmente continuo” se entiende que el recipiente está abierto por una duración muy corta que resulta en la descarga de la suspensión que se alimenta continuamente pero que no es una fracción significativa (por ejemplo, en esta solicitud, menos del 0,3 % del total del catalizador). En una modalidad, para eliminar cualquier exceso de sólidos pegados al tazón, la pared del tazón, y el canalón de descarga, la siguiente solución de lavado se usa para enjuagar el tazón y el canalón de descarga después de un número predeterminado de depuraciones. Por ejemplo, después de 5 a 10 veces de depuraciones.

Etapa (7): Se recolecta la torta húmeda descargada de la centrífuga y se lava adicionalmente para eliminar los compuestos no deseados del catalizador. La torta húmeda se recolecta a temperatura ambiente en atmósfera inerte.

Etapa (8): Se repiten las etapas de centrifugación y lavado de las etapas (4) a (7) por un número predeterminado

de veces, por ejemplo, de 1 a 3 veces, para formar la torta húmeda de catalizador final. La pérdida de sólidos de catalizador en cada centrifugado y descarga de la torta se describe en la Tabla I a continuación. La pérdida se mide como porcentaje del total de sólidos.

Algunas de las propiedades ventajosas exhibidas por los sólidos de catalizador resultantes separados de acuerdo con el proceso descrito anteriormente, pueden incluir, por ejemplo: (1) activo para la propoxilación (2) activo para la etoxilación, y (3) activo para la propoxilación y etoxilación y cualquier combinación de estos.

El catalizador es el componente deseado de la presente invención y el catalizador se separa del centrifugado después del proceso de centrifugación. El centrifugado producido por el proceso de la presente invención puede (1) dirigirse a una unidad de destilación rápida donde la mezcla de solvente puede recuperarse o (2) enviarse a una instalación de manipulación de desechos. El solvente recuperado puede reutilizarse en el proceso de síntesis del catalizador y/o las etapas de lavado del proceso de centrifugación. Por ejemplo, cuando el centrifugado contiene t-BuOH, agua, KCl, ZnCl₂, partículas de DMC transportadas, y mezclas de estos; si se desea, el centrifugado puede destilarse para eliminar las

sales; y el t-BuOH y azeótropo de agua resultantes pueden reciclarse de regreso al proceso de síntesis de DMC y/o el azeótropo puede usarse para limpiar la centrífuga de discos apilados.

Ejemplos

Los siguientes Ejemplos inventivos (Ej. inv.) y Ejemplos comparativos (Ej. comp.) se presentan para ilustrar adicionalmente la presente invención en detalle, pero no deben interpretarse como limitantes al alcance de las reivindicaciones. Todas las partes y porcentajes son en peso a menos que se indique lo contrario.

Procedimiento general para centrifugar la suspensión de catalizador

Un lote de 50 l de suspensión de catalizador de cianuro bimetalico (DMC), compuesto por sólidos de DMC en un licor madre de P4000, t-BuOH, y agua, se procesó en una centrífuga de discos apilados equipada con una función de descarga automática de sólidos para separar los sólidos de DMC del licor madre. El proceso se realizó en una atmósfera inerte (N_2). La torta húmeda obtenida después de la separación se resuspende, es decir, se lava, con una solución de lavado que contiene t-BuOH, agua, y P 4000 para

eliminar el potasio no deseado en el producto de la torta húmeda. Se mide la pérdida de contenido de sólidos en el centrifugado resultante y se descarta el centrifugado. Después, se recupera la torta húmeda lavada, el producto del catalizador. Opcionalmente, el proceso de síntesis de DMC puede someterse a cualquier número de etapas de lavado y centrifugación. Por ejemplo, en una modalidad preferida, el procedimiento de síntesis de DMC de la presente invención incluye un total de tres etapas de lavado y cuatro etapas de centrifugación.

Ejemplo 1

Una suspensión de DMC, descrita anteriormente, se sometió a una centrífuga de discos apilados equipada con una función de descarga automática de sólidos y los sólidos de DMC se separaron del licor madre usando las siguientes etapas:

Etapa (1) - El temporizador de apertura del tazón y el temporizador de intervalo de separación en el panel de control de la unidad centrífuga se establecieron en 0,5 s y 10 min, respectivamente. La apertura/cierre del tazón de la centrífuga usada se acciona hidráulicamente; la línea de presión de agua de operación fue a 25 psig (172,4 kPa). La unidad centrífuga se accionó y alcanzó la velocidad máxima

del tazón. Esta velocidad correspondió a una fuerza centrífuga de aproximadamente 8000 G.

Etapla (2) - La velocidad de la bomba de alimentación de suspensión se estableció en 9,0 l/h. Después de llenar el tazón de la centrífuga, se observó un centrifugado claro que salió a través de la línea de salida y el centrifugado se recolectó en un botellón. El análisis del total de sólidos suspendidos se realizó en este centrifugado. La pérdida de sólidos en el centrifugado se describe en la Tabla I.

Etapla (3) - Después de 10 minutos de centrifugación, el tazón se abrió durante 0,5 s durante los cuales los sólidos de DMC fueron evacuados (descargados) de la centrífuga a un recipiente receptor. El tazón de la centrífuga y el canalón de descarga de sólidos se enjuagaron con 1 l de solución de lavado descrita en el Ejemplo 2 para ayudar a eliminar los sólidos pegados al tazón.

Etapla (4) - Se recolectó el producto de la torta húmeda resultante de la etapa (3) anterior; y la pérdida de sólidos de DMC en el centrifugado se describe en la Tabla I.

Ejemplo 2

La torta húmeda recolectada del procedimiento del Ejemplo 1 se lavó con una resuspensión de la torta húmeda con la misma solución de lavado para eliminar cualquier potasio

no deseado presente en la suspensión de DMC. La solución de lavado (26,6 kg) contuvo t-BuOH (49,7 % en peso), agua (49,7 % en peso), y P 4000 (0,6 % en peso). La suspensión de DMC resultante después del lavado anterior se sometió después a centrifugación usando la misma centrífuga de discos apilados y las mismas etapas (1)-(4) del Ejemplo 1. La pérdida de sólidos de DMC en el centrifugado en este Ejemplo 2 se describe en la Tabla I.

Ejemplo 3

La torta húmeda recolectada del Ejemplo 2 se usó en este Ejemplo 3; y las etapas de centrifugación y lavado del Ejemplo 2 se repitieron para obtener aun otra torta húmeda de DMC. La solución de lavado (17,2 kg) contuvo t-BuOH (64,3 % en peso), agua (34,6 % en peso), y P 4000 (1,0 % en peso). La pérdida de sólidos en el centrifugado en este Ejemplo 3 se describe en la Tabla I.

Ejemplo 4

La torta húmeda recolectada del Ejemplo 3 se usó en este Ejemplo 4; y las etapas de centrifugación y lavado del Ejemplo 3 se repitieron para obtener todavía otra torta húmeda de DMC. La solución de lavado (13,8 kg) contuvo t-BuOH (98,0 % en peso), agua (1,4 % en peso), y P 4000 (0,6 %

en peso). La pérdida de sólidos en el centrifugado se describe en la Tabla I.

Tabla I - Pérdida del catalizador de DMC en el centrifugado
(cantidad de catalizador inicial = 1000 g)

<u>Ejemplo núm.</u>	<u>Sistema</u>	<u>Pérdida de catalizador en el centrifugado</u> <u>(% en peso)</u>
Ej. comp. 1	Después de la reacción que forma la primera suspensión	0,006
Ej. comp. 2	Después del primer lavado de la suspensión	0,003
Ej. comp. 3	Después del segundo lavado de la suspensión	0,010
Ej. comp. 4	Después del tercer lavado de la suspensión	0,014

En cada uno de los ejemplos anteriores, la suspensión se alimentó continuamente a la centrífuga ventajosamente usando la bomba de alimentación de suspensión para proporcionar un proceso de separación que era casi una operación continua. Generalmente, el proceso de la presente invención tiene al menos los dos beneficios: (1) la centrífuga permite una buena recuperación del catalizador; y (2) la centrífuga permite tiempos de procesamiento cortos. Por ejemplo, el tiempo de proceso para aislar sólidos de DMC usando la centrífuga de discos apilados en comparación con la centrífuga de tubo de centrifugación se redujo hasta un 50 %. La funcionalidad de descarga automática junto con el lavado de

sólidos usando soluciones de enjuague mostraron reducción del tiempo de descarga del proceso de 2 h a 10 s. Los sólidos se pierden en el centrifugado; y/o se pegan al tazón de la centrífuga, canalón de descarga, paredes del reactor, y cuchillas del agitador. El volumen completo de la suspensión de DMC que se muestra en los Ejemplos 1 - 4 se procesó de la manera descrita anteriormente y los resultados de los ejemplos anteriores ilustran que se pierde menos de 0,02 % en peso de sólidos en el centrifugado y la recuperación total del catalizador es de aproximadamente 92,5 %.