

(19)



Евразийское
патентное
ведомство

(11) 033601

(13) B1

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2019.11.08

(21) Номер заявки
201790705

(22) Дата подачи заявки
2014.10.09

(51) Int. Cl. C10G 25/00 (2006.01)
C10G 25/12 (2006.01)
C07B 63/00 (2006.01)
B01D 53/04 (2006.01)

(54) СПОСОБ РЕГЕНЕРАЦИИ АДСОРБЕРА

(43) 2017.09.29

(86) PCT/CN2014/088232

(87) WO 2016/054789 2016.04.14

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
БАСФ СЕ (DE)

(56) US-A1-2005075528
WO-A2-2006089956
US-A-4952746
CN-A-103254932
WO-A1-2010023249

(72) Изобретатель:
Вагнер Ханс Гюнтер, Байер Кристоф,
Каррер Лотар, Рюттер Хайнц (DE),
Питц Патрик (CN), Кронз Свен,
Эггерсманн Маркус (DE), Вонг Кам
Винг (CN)

(74) Представитель:
Юрчак Л.С. (KZ)

(57) В изобретении раскрыт способ регенерации адсорбера. Для регенерации применяют жидкий поток (S2), который получен гидрированием потока (S1), содержащего как минимум один алкан и как минимум один олефин. Поток (S2) содержит один алкан и уменьшенное количество как минимум одного олефина по сравнению с количеством в потоке (S1). Затем поток (S2) превращают из жидкой в газовую фазу и адсорбер регенерируют при контакте с газовым потоком (S2).

B1

033601

033601

B1

Изобретение относится к способу регенерации адсорбера. Для регенерации применяют жидкий поток (S2), который получен гидрированием потока (S1), содержащего, как минимум, один алкан и, как минимум, один олефин. Поток (S2) содержит один алкан и уменьшенное количество как минимум одного олефина по сравнению с количеством в потоке (S1). Затем поток (S2) превращают из жидкой в газовую фазу и адсорбер регенерируют при контакте с газовым потоком (S2).

Технические органические композиции часто нуждаются в очистке от соединений, содержащих гетероатомы, в частности, гетероатомы, подобные сере и/или кислороду, перед их применением в качестве исходных материалов в каталитических реакциях. Эти примеси могут ингибировать или уменьшать активность катализаторов. Очистку можно проводить, применяя адсорберы.

В WO 2010/057905 A1 раскрыт способ олигомеризации олефинов путем приведения, как минимум, одного C2-C8 олефина в контакт с никельсодержащим гетерогенным катализатором. Предпочтительно олефины пропускают через адсорбционный материал перед тем, как их приводят в контакт с катализатором, для того чтобы предотвратить загрязнение катализатора. Однако в WO 2010/057905 A1 не раскрыт способ регенерации адсорберов.

В DE 102008007081 A1 раскрыт способ получения н-бутеновых олигомеров и 1-бутена из технической смеси-I C₄-углеводородов. Аналогично с WO 2010/057905 A1, в документе упоминается о необходимости удаления определенных соединений, содержащих гетероатомы, из смеси углеводородов, предназначенной для применения в способе каталитической олигомеризации. В документе не раскрыт способ регенерации адсорберов.

В WO 2005/056503 раскрыт композитный катализатор для селективной олигомеризации низших алкенов и получения высокооктановых продуктов.

В то время как об олигомеризации низших алкенов и смесей алкенов сообщается подробно, ничего не сообщается о применении адсорберов для очистки исходных материалов или о регенерации адсорберов.

В WO 01/83407 описан способ олигомеризации алкенов, содержащих от 3 до 6 атомов углерода, с использованием катализатора, содержащего цеолит со структурой MFS типа при условиях, способствующих получению селективного олигомерного продукта, содержащего преобладающее количество определенных олигомеров. Также, как и в обсужденном выше документе предшествующего уровня техники, как применение адсорберов для очистки исходных материалов, регенерация тоже не являются частью изобретения.

Для того чтобы удалить адсорбированные соединения, содержащие гетероатомы, периодически требуется регенерация адсорбера. Этого можно достигнуть, например, очисткой адсорбера инертными газами или углеводородами при повышенной температуре. Подходящая регенерационная среда должна быть по существу свободна от олефинов и соединений, содержащих гетероатомы, в частности, свободна от соединений, содержащих кислород и/или серу. Остаточные олефины имеют тенденцию к образованию вредного кокса и полимерным осаждения на адсорбенте при температурах, применяемых во время процесса регенерации.

Технические органические композиции, включающие олефины, которые очищают на адсорбере, часто содержат заметные количества насыщенных углеводородов. Эти очищенные насыщенные углеводороды могут быть отделены от олефинов на стадиях процесса ниже по потоку и могут быть применены для регенерации адсорбера. Однако, даже после дистилляции продуктного потока, фракция насыщенных углеводородов обычно еще содержит значительное количество остаточных олефинов. Потоки, содержащие значительное количество олефинов, нельзя успешно применять для регенерации адсорбера в связи с повышенным образованием осадений и/или кокса на поверхности адсорбера.

В US 4935399 и US 4935400, в обоих, описаны похожие способы уменьшения потерь углеводородов во время регенерации адсорберов, содержащих молекулярные сита, для удаления серных соединений из жидких углеводородных потоков. В то время как способ согласно US 4935399 включает нагревание слоя адсорбера непосредственно устройством, локализованным внутри слоя адсорбера, в US 4935400 слой адсорбера нагревают только путем продувки газообразным углеводородом. Оба документа объясняют применение углеводородных потоков для регенерации слоев адсорберов, содержащих молекулярные сита, но ни в одном из них не говорится о применении углеводородов, содержащих остаточные олефины, в качестве регенерационной среды.

В US 5177298 раскрыт способ регенерации адсорбентов, содержащих оксигенаты, с использованием углеводородных регенерирующих потоков. Применяемые потоки требуют особой предварительной обработки с помощью дополнительных адсорберов, для того чтобы удалить соединения, содержащие серу или кислород. Кроме того, в US 5177298 не раскрывается техническое решение по применению углеводородов, содержащих остаточные олефины, в качестве регенерирующей среды.

В US 6673239 B2 раскрыта система и способ удаления воды и соединений, содержащих гетероатомы, из углеводородов, а также система и способ регенерации примененных в нем адсорбентов. Регенерация включает пропускание изопарафина через адсорбент воды, затем пропускание изопарафина через адсорбент соединений, содержащих гетероатом. Однако в US 6673239 B2 не имеют дела с изопарафином, содержащим остаточные олефины. То есть в нем не предложено решения по предотвращению за-

коксования и образования полимеров при повышенной температуре при способе регенерации, вызванного остаточными олефинами в регенерирующей среде.

В US 2012/0024324 A1 раскрыт способ регенерации очистных слоев с помощью струйного компрессора в цикле с открытой петлей. Флюидная смесь, содержащая инертный газ и регенерационную смесь, применяется в качестве регенерирующей среды. Кроме водорода, в качестве возможного второго компонента, другие компоненты флюидной смеси не определены. В частности, применение углеводородов в качестве регенерирующей среды не обсуждается в изобретении.

Задача, лежащая в основе данного изобретения, состоит в разработке нового способа регенерации адсорберов.

Эта задача достигается с помощью способа регенерации адсорбера, включающего следующие стадии а)-с):

а) гидрирование потока (S1), содержащего как минимум один алкан и как минимум один олефин для получения жидкого потока (S2), содержащего как минимум один алкан и уменьшенное количество как минимум одного олефина по сравнению с количеством в потоке (S1),

б) превращение потока (S2) из жидкой фазы в газовую фазу и

с) регенерация адсорбера путем контакта с газовым потоком (S2), полученным на стадии б).

Способ согласно данному изобретению создает возможность для применения углеводородных смесей, содержащих олефины, для регенерации адсорбера, без существенного образования загрязняющих отложений кокса и полимеров на адсорбенте. В контексте данного изобретения поток (S2) применяют на адсорбере в качестве регенерирующего потока или регенерирующей среды.

В одном варианте данного изобретения поток (S1) происходит с более ранней стадии способа. В результате, данное изобретение позволяет применение компонентов в качестве регенерационной среды для адсорбера, причем, эти компоненты были ранее очищены на том же самом адсорбере, но они фактически являются побочными продуктами, например, в рамках способа получения октена при димеризации бутена. Такие побочные продукты обычно выбрасывают в виде отходов, но в рамках способа данного изобретения они могут быть успешно применены/превращены в регенерационный поток.

По сравнению с другими способами предшествующего уровня техники нет необходимости в дополнительной стадии очистки для удаления соединений, содержащих серу и кислород или другие гетероатомы, поскольку эти углеводородные смеси получены, например, как побочные продукты во время очистки технических органических композиций, содержащих олефины, с помощью адсорберов. Поэтому обходятся без приобретения альтернативных регенерационных сред, таких как инертные газы.

Кроме того, другое преимущество данного изобретения может быть видно из того факта, что в одном варианте изобретения допускается работа как минимум одного адсорбера в регенерационном режиме параллельно с работой как минимум одного другого адсорбера в рабочем режиме на одном и том же заводе.

Преимуществом также является то, что согласно другому варианту изобретения существует возможность собирать и рециркулировать остаточную органическую композицию, остающуюся в порах адсорбера после завершения рабочего режима, для того чтобы уменьшить потери ценных органических интермедиатов.

Для того чтобы обогатить регенерационную среду насколько возможно адсорбированными соединениями, содержащими кислород и/или серу, и соответственно уменьшить потребление регенерационной среды на возможно меньшее количество, поток регенерационной среды может быть направлен противоположно направлению потока любой органической композиции в рабочем режиме адсорбера.

Для охлаждения адсорбера регенерационная среда может проходить через адсорбер, согласно направлению движения потока любой органической композиции во время рабочего режима, используя все преимущества градиента температуры внутри адсорбера, далее уменьшая потребление регенерационной среды.

Кратко обобщая, эксплуатационные расходы и загрязнение окружающей среды уменьшаются путем уменьшения расхода энергии, отходов и потери продукта в связи с комбинацией успешных мер, осуществленных в данном способе. Кроме того, данное изобретение обеспечивает способ эффективной регенерации адсорберов.

Изобретение рассмотрено более подробно ниже.

Данное изобретение относится к способу регенерации адсорбера, включающему стадии а)-с).

В контексте данного изобретения термин "адсорбер" включает как сам адсорбент, так и устройство, внутри которого адсорбент установлен. Вместо термина "адсорбент" можно использовать выражение "адсорбирующий материал". Термин адсорбер может быть эквивалентно использован для адсорбента, даже если определенное утверждение фактически относится только к адсорбенту, но не к устройству, в котором размещен адсорбент.

Адсорберы могут быть применены для адсорбции соединений, содержащих кислород и/или серу, из органической композиции. Предпочтительно адсорберы можно применять для адсорбции простых эфиров, спиртов, тиолов, простых тиоэфиров, сульфоксидов, кетонов, альдегидов или их смесей. Может применяться любой адсорбент, который известен специалистам и который подходит для проведения ад-

сорбции соединений, содержащих кислород и/или серу, из органических композиций.

Предпочтительными адсорбентами являются, например, молекулярные сита с диаметром пор от 4 до 15 Å. Более того, применяемые молекулярные сита являются кристаллическими, природными силикатами алюминия, подобными слоистым решетчатым силикатам или синтетическим молекулярным ситам. Кроме того, могут применяться имеющиеся в продаже молекулярные сита фирм BayerAG, Dow, Union-Carbide, Laporte или Mobil. Эти молекулярные сита могут быть, например, цеолитами А-, Х- и Y-типа. Кроме того, могут оказаться полезными молекулярные сита, содержащие кремний и алюминий в качестве главных компонентов, в то время как другие атомы служат побочными компонентами, такие как лантаниды, такие как галлий, индий и лантан, или другие элементы, такие как никель, кобальт, медь, цинк или серебро. Они могут быть введены в цеолиты, например, с помощью ионного обмена с замещающими катионами.

Аналогично, могут применяться синтетические цеолиты, в которые включены в слой путем соосаждения другие атомы, такие как бор и фосфор.

Другими подходящими адсорбентами являются фосфат алюминия, диоксид кремния, кизельгур, диоксид титана, диоксид циркония, полимерные адсорбенты и их смеси.

Наиболее предпочтительным адсорбентом является оксид алюминия, который можно приобрести, например, под названием Селекссорб CDL у фирмы BAS F.

В одном варианте способа согласно данному изобретению, в котором адсорбент адсорбера основан на оксиде алюминия и/или адсорбер может применяться для адсорбции соединений, содержащих кислород и/или серу, из органической композиции, адсорбер предпочтительно применяют для адсорбции простых эфиров, спиртов или их смесей.

Агрегат, в который включен адсорбер, может содержать как минимум один другой адсорбер, идентичный первому адсорберу в отношении адсорбента и его операционного режима.

В другом варианте способа согласно данному изобретению, в котором адсорбер, подлежащий регенерации на стадии с) (стадия с), как определено ниже), является частью агрегата, который содержит как минимум один второй адсорбер, предпочтительно как минимум один другой адсорбер находится в его рабочем режиме во время регенерации первого адсорбера, и/или каждый адсорбер внутри этого агрегата идентичен в отношении адсорбента и его операционного режима.

Регенерация в контексте данного изобретения означает десорбцию и удаление адсорбированных соединений, содержащих кислород и/или серу, из адсорбера, в частности, из адсорбента адсорбера. Способ регенерации адсорбера согласно данному изобретению может также включать дополнительные меры/шаги, необходимые, например, для подготовки регенерирующей среды, самого адсорбера для регенерации или создания возможности для адсорбера после завершения регенерации снова работать на адсорбцию соединений, содержащих кислород и/или серу, из органических композиций.

Адсорбер, в контексте данного изобретения, находится в рабочем режиме, когда потоком, содержащим органическую композицию, включающую как минимум один алкан и/или как минимум один олефин и соединения, содержащие кислород и/или серу, питают адсорбер, и соединения, содержащие кислород и/или серу, адсорбируются полностью или, как минимум, частично на адсорбенте. Соответствующая смесь соединений предпочтительно не пропускалась через адсорбер до этого.

Предпочтительно как минимум 50%, более предпочтительно как минимум 80%, еще более предпочтительно как минимум 97% соединений, содержащих кислород и/или серу, адсорбируются из потока в течение рабочего режима соответствующего адсорбера, согласно предыдущему абзацу.

Адсорбер, в контексте данного изобретения, находится в регенерационном режиме, когда предпринимаются меры для удаления или меры, относящиеся к удалению, адсорбированных соединений, содержащих кислород и/или серу, из адсорбента, или при необходимости определение рабочего режима не применялось.

Соответственно адсорбер, в рамках данного изобретения, может действовать или в рабочем режиме, или в регенерационном режиме.

Стадии а), b) и c) в рамках способа регенерации адсорбера согласно данному изобретению пояснены ниже.

На стадии а) гидрируют поток (S1), содержащий как минимум один алкан и, как минимум, один олефин, для получения жидкого потока (S2), содержащего, как минимум, один алкан и уменьшенное количество, как минимум, одного олефина по сравнению с количеством в потоке (S1).

Предпочтительно количество как минимум одного олефина в потоке (S1) уменьшилось в результате гидрирования на как минимум 70%, более предпочтительно на как минимум 90% и еще более предпочтительно на как минимум 95% по сравнению с соответствующим количеством в потоке (S1) перед проведением стадии а), для того чтобы получить поток (S2).

Обычно все олефины, независимо от числа их олефиновых двойных связей гидрируют при условиях гидрирования и соответственно их количество уменьшается. Существует возможность того, что олефины, содержащие более чем одну олефиновую двойную связь, гидрируются только частично, и одна или более олефиновых двойных связей на молекулу у как минимум части этих молекул остаются ненасыщенными после проведения стадии а).

Поток (S1) и/или поток (S2) может содержать как минимум один линейный, разветвленный и/или циклический алкан. Предпочтительно алкан содержит от 1 до 14, более предпочтительно от 3 до 10, еще более предпочтительно от 4 до 6 атомов углерода в его самой длинной цепи.

Как минимум один алкан можно выбрать, например, из группы, включающей метан, этан, пропан, бутан, пентан, гексан, гептан, октан, нонан и декан. Предпочтительно как минимум одним алканом является бутан.

В контексте данного изобретения, если особо не оговорено, не делается различий между разными изомерами определенного алкана. Например, термин бутан может относиться к н-бутану и/или к изобутану.

Поток (S1) и/или поток (S2) может содержать в специфическом варианте один или более других алканов, отличных от бутана, которые могут быть выбраны из тех же самых алканов, как указано выше.

Как минимум, один олефин в потоке (S1) и/или потоке (S2) может включать линейный, разветвленный, циклический моноолефин и/или линейный, разветвленный, циклический олефин, содержащий более чем одну олефиновую двойную связь. Предпочтительно олефин содержит 2-14, более предпочтительно 3-10, еще более предпочтительно 4-6 атомов углерода в самой длинной углеродной цепи.

Если существует более чем один стереоизомер олефина, то есть соответствующие цис- и транс-изомеры, эти изомеры в контексте данного изобретения рассматриваются как эквивалентные. Кроме того, не делается различий между структурными изомерами моноолефинов. Например, термин бутен может включать структурные изомеры 1-бутен и/или 2-бутен, также как 2-бутен включает соответствующие цис- и/или транс-стереоизомеры.

Моноолефины могут быть выбраны, например, из группы, включающей этен, пропен, бутен, пентен, гексен, гептен, октен, нонен и децен. Предпочтительным олефином является бутен.

Если присутствует как минимум один олефин, содержащий более чем одну олефиновую двойную связь, то этот олефин является предпочтительно диеном, более предпочтительно бутадиеном.

Поток (S1) и/или поток (S2) могут содержать в специфическом варианте один или более дальнейших олефинов, отличных от бутена, которые могут быть выбраны из тех же самых олефинов, которые указаны выше.

На стадии а) поток (S1) может содержать как минимум один алкан и как минимум один олефин всего как минимум 99 вес.%, более предпочтительно всего как минимум 99,5 вес.%, еще более предпочтительно всего как минимум 99,9 вес.%.

Поток (S1) может содержать бутан и бутен, предпочтительно как минимум 96 вес.% бутана и не более чем 4 вес.% бутена.

Предпочтительно поток (S2) содержит не более чем 1000 вес. млн долей олефина, предпочтительно не более чем 500 вес. млн долей олефина, более предпочтительно не более чем 100 вес. млн долей олефина, предпочтительно олефином является бутен.

Кроме того, поток (S2) может содержать как минимум 99 вес.% как минимум одного алкана, предпочтительно как минимум 99,5 вес.% как минимум одного алкана, более предпочтительно как минимум 99,9 вес.% как минимум одного алкана, предпочтительно алканом является бутан.

Предпочтительно количество олефинов, содержащих более чем одну олефиновую двойную связь, в потоке (S1) и/или в потоке (S2) составляет менее чем 500 млн. долей, более предпочтительно менее чем 300 млн. долей, еще более предпочтительно менее чем 100 млн. долей, предпочтительно олефин, содержащий более чем одну олефиновую двойную связь, является диеном, предпочтительно бутадиеном.

Гидрирование можно проводить любым подходящим способом, который известен специалистам.

Полезным может оказаться каталитическое гидрирование, применяющее как минимум один катализатор и источник водорода.

Предпочтительно катализатор содержит элементы d-блока, более предпочтительно, например, Pd, Pt, Ru, Ir, Rh, Cu, Ni или Co, еще более предпочтительно Pd или Ni.

Гидрирование можно проводить, применяя H₂-газ, и/или при каталитическом гидрировании с переносом, применяя, например, в качестве источника водорода формиат аммония, силлил-гидриды, NaBH₄, циклогексан или спирт, подобный метанолу и пропанолу. Предпочтительно гидрирование проводят, применяя H₂-газ в качестве источника водорода.

Источник водорода и растворитель могут быть идентичными, например, в случае спиртов, подобных метанолу.

Может быть применен любой растворитель, известный специалистам, который подходит для проведения гидрирования.

Как правило, можно применять полярно-протонные, полярно-непротонные и/или неполярные растворители, например, метанол, этанол, пропанол, изопропанол, тетрагидрофуран и толуол.

Альтернативно, гидрирование можно проводить без использования растворителей.

В предпочтительном варианте гидрирование проводят без использования любого растворителя и с H₂-газом в качестве источника водорода.

Может быть применен любой реактор, известный специалистам, который подходит для проведения гидрирования.

Предпочтительно применяют реактор с орошаемым слоем для проведения гидрирования.

В одном варианте изобретения поток (S1) происходит от органической композиции, которая была ранее очищена на том же самом адсорбере или на подобном другом адсорбере во время рабочего режима соответствующего адсорбера.

В этом варианте изобретения может быть дополнительно применена стадия олигомеризации олефинов, предпочтительно димеризация бутена в октен и/или стадия дистилляции для отделения бутана от бутена, которые проводят перед стадией а) и после очистки органической композиции на как минимум одном адсорбере в его рабочем режиме.

Давление в потоке (S2) на стадии а) может составлять от 5 до 80 бар, более предпочтительно от 10 до 50 бар, еще более предпочтительно от 20 до 30 бар.

В одном варианте способа на стадии а)

i) поток (S1) содержит бутан и бутен, предпочтительно как минимум 96 вес.% бутана и не более чем 4 вес.% бутена, и/или

ii) поток (S2) содержит не более чем 1000 вес. млн долей олефина, предпочтительно не более чем 500 вес. млн долей олефина, более предпочтительно не более чем 100 вес. млн долей олефина, предпочтительно олефин является бутеном, и/или

iii) поток (S2) содержит как минимум 99 вес.% как минимум одного алкана, предпочтительно как минимум 99,5 вес.% как минимум одного алкана, более предпочтительно как минимум 99,9 вес.%, как минимум одного алкана, предпочтительно алкан является бутаном.

На стадии b) поток (S2) превращают из жидкой фазы в газовую фазу.

Превращение может быть проведено с помощью подходящих способов или аппаратуры, известной специалистам.

Превращение на стадии b) может быть проведено путем уменьшения давления и/или нагревания жидкого потока (S2), предпочтительно путем применения как минимум одного испарителя и/или как минимум одного перегревателя и/или как минимум одного расширителя.

В предпочтительном варианте жидкий поток (S2), происходящий со стадии а), с давлением от 5 до 80 бар, предпочтительно от 10 до 50 бар, более предпочтительно от 20 до 30 бар, для превращения согласно стадии b) помещают в расширитель, в котором давление жидкого потока (S2) понижают до 4-16 бар, предпочтительно до 7-13 бар, более предпочтительно до 8-11 бар.

Уменьшение давления жидкого потока (S2), предпочтительно в расширителе, по сравнению с давлением жидкого (S2), полученного на стадии а), может привести к превращению, как минимум, части жидкого потока (S2) в газовую фазу. Оставшийся жидкий поток (S2) при уменьшенном давлении может быть превращен в газовую фазу путем применения как минимум одного испарителя.

При уменьшении давления в жидком потоке (S2), предпочтительно в расширителе, по сравнению с давлением в жидком потоке (S2), полученном на стадии а), от 0 до 80%, предпочтительно меньше чем 10% жидкого потока (S2) может быть превращено в газовую фазу.

Альтернативно, жидкий поток (S2) может быть превращен в газовую фазу предпочтительно с помощью как минимум одного испарителя без предварительного уменьшения давления по сравнению с давлением, полученным потоком (S2) на стадии а).

В рамках данного изобретения испаритель представляет собой прибор, который превращает жидкий поток в газовую фазу путем переноса тепла в жидкий поток.

Также существует возможность применить два или более испарителей последовательно и/или параллельно, через которые может проходить поток (S2).

Может быть применен любой известный специалистам испаритель, который подойдет для проведения испарения.

К примерам испарителей относятся электрические испарители и испарители, переносящие тепло с помощью переносящей тепло среды, подобной пару (газообразной воде) или другим газообразным средам, углеводородам, маслам или солям. Предпочтительны испарители котлового типа.

Превращение жидкого потока (S2) в газовую фазу согласно стадии а) может также включать перегрев.

Перегрев в контексте данного изобретения означает дальнейшее увеличение температуры уже газового потока (S2), предпочтительно переносом тепла на уже газовый поток (S2).

Любой перегреватель, известный специалистам, который подходит для перегрева, может быть применен.

Перегрев может быть проведен одним или более перегревателями. Когда применяют более чем один перегреватель, то перегреватели могут быть подключены последовательно и/или параллельно.

К примерам возможных перегревателей относятся электрические нагреватели и перегреватели, переносящие тепло с помощью переносящей тепло среды, подходящей газообразной среды, углеводородов, масел или солей. Предпочтительны перегреватели кожухотрубного типа.

Испарение и перегрев могут быть проведены разными приборами и/или могут быть объединены как минимум в одном устройстве, способном выполнить обе функции, например кожухотрубный теплообменник, установленный над испарителем котлового типа.

Если применяют испарители и/или перегреватели, базирующиеся на переносящей тепло среде, тот же самый поток переносящей тепло среды может проходить только через один испаритель или перегреватель или более чем через один испаритель или перегреватель. Тот же самый поток переносящей тепло среды можно применять для испарителей или перегревателей, или для испарителей и перегревателей.

Один и тот же тип переносящей тепло среды может быть применен для всех испарителей и/или перегревателей, или различные типы переносящей тепло среды могут применяться для каждого индивидуального устройства или группы испарителей и/или перегревателей.

В зависимости от температуры, фактически требуемой в заданное время способа, перенос тепла на жидкий или газовый поток (S2) с помощью соответствующего испарителя и/или перегревателя может быть уменьшен, полностью остановлен и/или один или любое число испарителей и/или один или любое число перегревателей могут быть подключены байпасом к потоку (S2).

Предпочтительно газовый поток (S2) проходит через все испарители и/или перегреватели и перенос тепла уменьшают или останавливают, когда требуются более низкая температура для газового потока (S2).

Предпочтительно испарители и/или перегреватели являются байпасными, когда требуется жидкий поток (S2).

На стадии с) адсорбер регенерируют путем контакта с газовым потоком (S2), полученным на стадии b).

На стадии с) регенерацию адсорбера можно проводить при температуре в интервале от 230 до 270°C, предпочтительно при 250°C и/или путем пропускания газового потока (S2) через прибор, содержащий адсорбер.

Давление в газовом потоке (S2) на стадии с) обычно идентично давлению в газовом потоке (S2), полученном на стадии b) или a), или ниже.

Предпочтительно скорость нагревания адсорбера не превышает 60°C/ч, более предпочтительно не превышает 40°C/ч.

Стадия с) способа согласно данному изобретению может включать одну или более следующих промежуточных стадий c1)-c5):

c1) нагревание адсорбера путем контакта с газовым потоком (S2), при котором газовый поток (S2) конденсируется внутри адсорбера,

c2) нагревание адсорбера путем контакта с газовым потоком (S2) вплоть до температуры в интервале от 230 до 270°C в отсутствие какой-либо конденсации газового потока (S2) внутри адсорбера,

c3) регенерация адсорбера при температуре в интервале от 230 до 270°C, предпочтительно 250°C путем контакта с газовым потоком (S2),

c4) охлаждение адсорбера путем контакта с газовым потоком (S2) до температуры в интервале от 80 до 120°C, и/или

c5) охлаждение адсорбера путем контакта с жидким потоком (S2), полученным на стадии a), до температуры ниже 80°C, предпочтительно до температуры в интервале от 40 до 60°C.

Предпочтительно стадию d) (как определено ниже) проводят перед стадией с) и стадия с) включает промежуточные стадию c1), за которой следует c2), за которой следует c3), за которой следует c4) и за которой следует c5).

Конденсация, означающая превращение из газовой в жидкую фазу компонентов, входящих в поток (S2) на стадии с), в частности, на стадии c1), обычно имеет место, если как минимум одно место, означающее пространственный элемент, внутри адсорбера, являющееся адсорбентом и/или стенкой адсорбера, имеет температуру, которая ниже температуры точки росы соответствующих компонентов, входящих в газовый поток (S2), присутствующих в этом месте.

В одном варианте изобретения конденсат, полученный на стадии c1), содержит поток (S2) и остаток органической композиции, который не был удален из адсорбера при проведении стадии дренирования d), и конденсат при необходимости собирают в емкости, предпочтительно в буферном баллоне, для того чтобы пропустить собранный конденсат через адсорбер во время его рабочего режима.

Температура газового потока (S2) предпочтительно не более чем на 100°C, более предпочтительно не более чем на 60°C, выше чем температура адсорбера, особенно во время стадий нагревания c1) и/или c2).

Температура газового или при необходимости жидкого потока (S2) предпочтительно не более чем на 100°C, более предпочтительно не более чем на 60°C, ниже чем температура адсорбера, особенно во время стадий охлаждения c4) и/или c5).

В одном варианте изобретения температура газового или при необходимости жидкого потока (S2) не более чем на 100°C, предпочтительно не более чем на 60°C ниже чем у адсорбера, особенно во время стадий охлаждения c4) и/или c5).

В другом варианте изобретения:

i) скорость нагревания адсорбера не должна превышать 60°C/ч, предпочтительно не должна превышать 40°C/ч, и/или

ii) температура газового потока (S2) не более чем на 100°C, предпочтительно не более чем на 60°C

выше чем температура адсорбера, особенно во время стадий нагревания с1) и/или с2), и/или

iii) температура газового или при необходимости жидкого потока (S2) не более чем на 100°C, предпочтительно не более чем на 60°C ниже чем температура адсорбера, особенно во время стадий охлаждения с4) и/или с5).

В контексте данного изобретения является преимуществом, когда направление движения газового потока (S2) через адсорбер на стадиях с1), с2) и/или с3) противоположно направлению движения потока любой органической композиции через тот же самый адсорбер во время его рабочего режима, и/или газовый поток (S2) на стадии с4), и/или жидкий поток (S2) на стадии с5) имеет то же самое направление движения потока через адсорбер, что и направление движения потока любой органической композиции через тот же самый адсорбер во время его рабочего режима.

После стадии с) выходящий поток, полученный из адсорбера, содержащий газовый поток (S2) и при необходимости загрязняющие вещества, удаленные с адсорбера, может быть сконденсирован предпочтительно путем применения как минимум одного конденсатора и/или как минимум одного холодильника.

Может быть применен любой конденсатор, известный специалистам, который подходит для проведения конденсации и/или охлаждения.

Конденсацию можно проводить, применяя один конденсатор и/или холодильник или два или более холодильника и/или конденсатора, соединенные последовательно и/или параллельно.

После завершения регенерации адсорбера согласно стадии с) адсорбер можно переключить на его рабочий режим путем питания его органической композицией соединений, подлежащей очистке. В одном варианте изобретения:

i) после стадии с), выходящий поток, полученный из адсорбера, содержащий газовый поток (S2) и загрязняющие соединения, удаленные из адсорбера, конденсируют, применяя как минимум один конденсатор и/или как минимум один холодильник, и/или

ii) после завершения регенерации адсорбера согласно стадии с) адсорбер переключают на его рабочий режим путем питания его органической композицией, подлежащей очистке.

Кроме стадий а), b), с) другой вариант изобретения может включать дополнительную стадию дренирования d), проводимую перед стадией с), для того чтобы, как минимум, частично удалить органическую композицию, которая проходила через адсорбер во время рабочего режима.

Предпочтительно как минимум 10%, более предпочтительно как минимум 30%, еще более предпочтительно как минимум 40%, наиболее предпочтительно как минимум 60% органической композиции может быть удалено с адсорбера на стадии дренирования d).

Дренированную органическую композицию можно собрать для того, чтобы уменьшить потерю ценной органической композиции, подлежащей очистке во время рабочего режима.

В предпочтительном варианте изобретения способ регенерации адсорбера включает следующие стадии а)-с):

а) гидрирование потока (S1), содержащего как минимум один алкан и как минимум один олефин для получения жидкого потока (S2), содержащего как минимум один алкан и уменьшенное количество как минимум одного олефина по сравнению с количеством в потоке (S1),

б) превращение потока (S2) из жидкой фазы в газовую фазу и

с) регенерация адсорбера путем контакта с газовым потоком (S2), полученным на стадии b),

причем поток (S1) содержит как минимум 96 вес.% бутана и не более чем 4 вес.% бутена, а также поток (S2) содержит не более чем 1000 вес. млн долей олефина.

Фигуры

Фиг. 1-4 иллюстрируют определенные аспекты изобретения. Ради ясности не все применяемые компоненты и варианты показаны на одной и/или всех фигурах. Варианты, показанные на разных фигурах, могут комбинироваться между собой и не исключают включение дальнейших компонентов в пределах изобретения и его детализации.

Фиг. 1 иллюстрирует наиболее базовый агрегат данного изобретения. Согласно стадии а) способа данного изобретения поток (S1) подают в реактор для гидрирования (ПГ). Поток (S1) превращают в реакторе для гидрирования (ПГ) в поток (S2) и пропускают через блок испарения/нагревания (БИН) для превращения из жидкой в газовую фазу. Затем адсорбер (А) регенерируют путем контакта с газовым потоком (S2), приходящим из блока испарения/нагревания (БИН). Поток (S4) покидает адсорбер (А) во время регенерационного режима, но только не во время рабочего режима адсорбера (А). Поток (S4) содержит, как минимум, поток (S2) и/или соединения, содержащие кислород и/или серу, и/или при необходимости некоторые остатки органической композиции. Потоки (S3) и (S5) присутствуют только во время рабочего режима. Поток (S3) включает органическую композицию и соединения, содержащие кислород и/или серу. Поток (S5) содержит органическую композицию и не содержит соединений, содержащих кислород и/или серу, или содержит меньшее количество соединений, содержащих кислород и/или серу, чем поток (S3). Поток (S5) выходит из адсорбера (А) на конце адсорбера (А), противоположном тому, который выбран для введения потока (S3) в адсорбер (А). Другими словами, поток (S4) обычно дополнительно содержит (по сравнению с потоком (S2)) такие примеси (такие как соединения, содержащие кислород и/или серу), которые были адсорбированы адсорбером из потока (S3) во время его рабочего режима.

На фиг. 2 показан возможный вариант блока испарения/нагрева (БИН). Жидким потоком (S2) питают расширитель (Р) и направляют отсюда напрямую и/или не напрямую через испаритель (И) к перегревателю (П). Выходящим из перегревателя (П) потоком (S2) можно питать адсорбер (А) противоположно или соответственно направлению движения потока (S3).

Кроме возможных установок, показанных на фиг. 1-3, показаны другие необязательные компоненты: буферный баллон (ББ), соединенный через поток (S6) с адсорбером (А) и холодильный блок (ХБ) для охлаждения, например, потока (S4). Поток (S6) может перемещаться в любом направлении между, как минимум, адсорбером (А) и буферным баллоном (ББ). Поток (S6) содержит, как минимум, органическую композицию и/или поток (S2) и/или соединения, содержащие кислород и/или серу. Холодильный блок (ХБ) содержит как минимум один холодильник и/или конденсатор, которые соединены между собой последовательно или параллельно.

На фиг. 4 показан вариант изобретения, применяющий, как минимум, два адсорбера (А1) и (А2). Установка создает возможность работы одного адсорбера в рабочем режиме, а другого параллельно в регенерационном режиме. В этом случае потоком (S3) питают только адсорбер, находящийся в рабочем режиме, и потоком (S2) питают только адсорбер, находящийся в регенерационном режиме. Соответственно поток (S4) выходит из адсорбера только в регенерационном режиме и поток (S5) выходит из адсорбера только в рабочем режиме.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ регенерации адсорбера, включающий следующие стадии а)-с):

а) гидрирование потока (S1), содержащего как минимум один алкан и как минимум один олефин, для получения жидкого потока (S2), содержащего как минимум один алкан и уменьшенное количество как минимум одного олефина по сравнению с количеством в потоке (S1),

б) превращение потока (S2) из жидкой фазы в газовую фазу и

с) регенерация адсорбера путем контакта с газовым потоком (S2), полученным на стадии б).

2. Способ согласно п.1, при котором поток (S1) содержит как минимум один алкан и как минимум один олефин всего как минимум 99 вес.%, более предпочтительно всего как минимум 99,5 вес.%, еще более предпочтительно всего как минимум 99,9 вес.%.

3. Способ согласно п.1 или 2, в котором на стадии а)

i) поток (S1) содержит бутан и бутен, предпочтительно как минимум 96 вес.% бутана и не более чем 4 вес.% бутена, и/или

ii) количество олефинов, содержащих более чем одну олефиновую двойную связь, в потоке (S1) меньше чем 500 млн долей, более предпочтительно меньше чем 300 млн долей, еще более предпочтительно меньше чем 100 млн долей, предпочтительно олефин, содержащий более чем одну олефиновую двойную связь, представляет собой диен, предпочтительно бутадиен, и/или

iii) поток (S2) содержит не более чем 1000 вес. млн долей олефина, предпочтительно не более чем 500 вес. млн долей олефина, более предпочтительно не более чем 100 млн долей олефина, предпочтительно олефин представляет собой бутен, и/или

iv) поток (S2) содержит как минимум 99 вес.% как минимум одного алкана, предпочтительно как минимум 99,5 вес.% как минимум одного алкана, более предпочтительно как минимум 99,9 вес.% как минимум одного алкана, предпочтительно алкан представляет собой бутан.

4. Способ согласно любому из пп.1-3, при котором адсорбент в адсорбере основан на оксиде алюминия и/или адсорбер может быть применен для адсорбции соединений, содержащих кислород и/или серу, из органической композиции, предпочтительно адсорбер применяют для адсорбции простых эфиров, спиртов, тиолов, простых тиоэфиров, сульфоксидов, кетонов, альдегидов или их смесей.

5. Способ согласно пп.1-4, при котором на стадии б) превращение проводят путем уменьшения давления и/или нагревания жидкого потока (S2), предпочтительно применяя как минимум один испаритель, и/или как минимум один перегреватель, и/или как минимум один расширитель.

6. Способ согласно любому из пп.1-5, при котором на стадии с) регенерацию адсорбера проводят при температуре в интервале от 230 до 270°C, предпочтительно при 250°C, и/или пропускают газовый поток (S2) через устройство, содержащее адсорбер.

7. Способ согласно любому из пп.1-6, при котором перед проведением стадии с) проводят стадию дренирования d) для того, чтобы, как минимум, частично удалить органическую композицию, которую пропускали через адсорбер во время его рабочего режима.

8. Способ согласно любому из пп.1-7, при котором стадия с) включает как минимум одну из следующих промежуточных стадий с1)-с5):

с1) нагревание адсорбера путем контакта с газовым потоком (S2), при котором газовый поток (S2) конденсируется внутри адсорбера,

с2) нагревание адсорбера путем контакта с газовым потоком (S2) вплоть до температуры в интервале от 230 до 270°C в отсутствие какой-либо конденсации газового потока (S2) внутри адсорбера,

с3) регенерация адсорбера при температуре в интервале от 230 до 270°C путем контакта с газовым

потоком (S2),

с4) охлаждение адсорбера путем контакта с газовым потоком (S2) до температуры в интервале от 80 до 120°C, и/или

с5) охлаждение адсорбера путем контакта с жидким потоком (S2), полученным на стадии а), до температуры ниже 80°C, предпочтительно до температуры в интервале от 40 до 60°C,

предпочтительно стадию d) проводят перед стадией с) и стадия с) включает промежуточные стадии с1), за которой следует с2), за которой следует с3), за которой следует с4) и за которой следует с5).

9. Способ согласно п.8, при котором конденсат, полученный на стадии с1), содержит поток (S2) и остатки органической композиции, которые не были удалены из адсорбера, когда проводилась стадия дренирования d), и конденсат при необходимости собирают в устройстве, предпочтительно в буферном баллоне, для того чтобы пропустить собранный конденсат через адсорбер во время рабочего режима.

10. Способ согласно п.8 или 9, при котором направление прохождения газового потока (S2) через адсорбер на стадиях с1), с2) и/или с3) противоположно направлению прохождения любой органической композиции через тот же самый адсорбер во время рабочего режима, и/или газовый поток (S2) на стадии с4), и/или жидкий поток (S2) на стадии с5) имеют то же самое направление прохождения через адсорбер, что и направление прохождения потока любой органической композиции через тот же самый адсорбер во время его рабочего режима.

11. Способ согласно любому из пп.1-10, при котором:

i) скорость нагревания адсорбера не должна превышать 60°C/ч, предпочтительно не должна превышать 40°C/ч, и/или

ii) температура газового потока (S2) не более чем на 100°C, предпочтительно не более чем на 60°C выше чем температура адсорбера, особенно во время стадий нагревания с1) и/или с2), и/или

iii) температура газового или при необходимости жидкого потока (S2) не более чем на 100°C, предпочтительно не более чем на 60°C ниже чем температура адсорбера, особенно во время стадий охлаждения с4) и/или с5).

12. Способ согласно любому из пп.1-11, при котором:

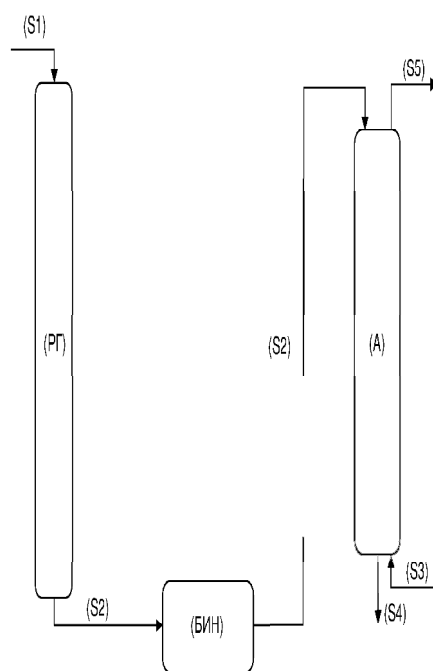
i) после стадии с) выходящий поток, полученный из адсорбера, содержащий газовый поток (S2) и загрязняющие соединения, удаленные из адсорбера, конденсируют, предпочтительно применяя как минимум один конденсатор и/или как минимум один холодильник, и/или

ii) после завершения регенерации адсорбера согласно стадии с) адсорбер переключают на его рабочий режим путем питания его органической композицией, подлежащей очистке.

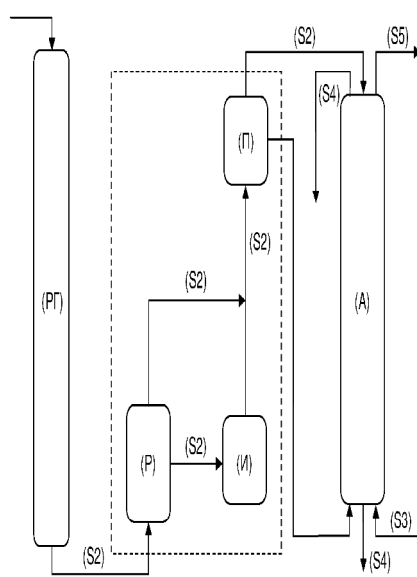
13. Способ согласно любому из пп.1-12, при котором адсорбер, подлежащий регенерации на стадии с), является частью агрегата, который содержит как минимум один другой адсорбер, предпочтительно как минимум один другой адсорбер находится в его рабочем режиме во время регенерации первого адсорбера, и/или каждый адсорбер внутри агрегата идентичен в отношении адсорбента и его операционного режима.

14. Способ согласно любому из пп.1-13, при котором поток (S1) происходит из органической композиции, которая ранее была очищена тем же самым адсорбером или похожим другим адсорбером во время рабочего режима соответствующего адсорбера.

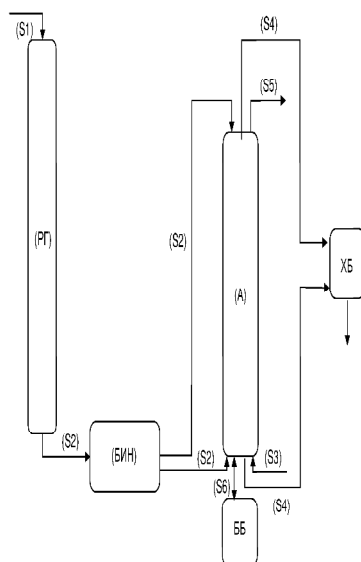
15. Способ согласно п.14, при котором олигомеризацию олефинов, предпочтительно димеризацию бутена в октен, и/или стадию дистилляции для отделения бутана от бутена проводят перед стадией а) и после очистки органической композиции с применением как минимум одного адсорбера в его рабочем режиме.



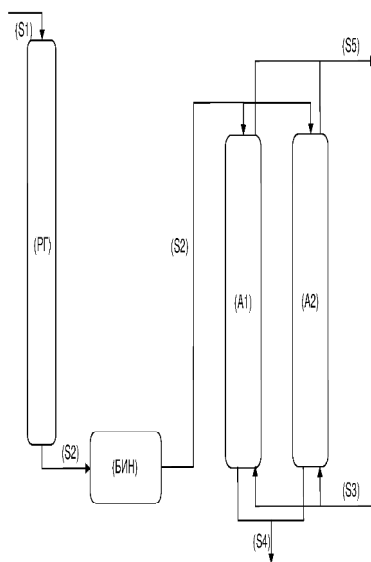
Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3



Фиг. 4

