

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **036481**

(13) **B1**

(12) **ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ**

(45) Дата публикации и выдачи патента
2020.11.16

(51) Int. Cl. **B01J 20/34** (2006.01)

(21) Номер заявки
201790647

(22) Дата подачи заявки
2014.10.09

(54) **СПОСОБ РЕГЕНЕРАЦИИ АДСОРБЕРА**

(43) **2017.09.29**

(86) **PCT/CN2014/088233**

(87) **WO 2016/054790 2016.04.14**

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

(56) CN-A-103574791
CN-A-102430322
CN-U-201543359
CN-Y-201404762
CN-Y-2905193
CN-A-102172461
WO-A1-9947866
DE-A1-3935094

(72) Изобретатель:
**Вагнер Ханс-Гюнтер, Байер Кристоф,
Каррер Лотар, Рюттер Хайнц (DE),
Питц Патрик (CN), Кронэ Свен,
Эггерсмани Маркус (DE), Вонг Кам
Винг (CN), Кирхнер Гюнтер, Циммер
Габриеле (DE)**

(74) Представитель:
Юрчак Л.С. (KZ)

(57) Изобретение относится к способу регенерации адсорбера (A) путем контакта с потоком (S1), при котором поток (S1) нагревают предварительно, как минимум, двумя теплообменными блоками (ТОБ1) и (ТОБ2). В качестве выходящего из адсорбера (A) потока получают поток (S2), который проходит через, как минимум, два теплообменных блока (ТОБ1) и (ТОБ2), пересекаемые потоком (S1), при котором температура потока (S2), питающего каждый теплообменный блок, выше чем температура потока (S1), питающего теплообменные блоки (ТОБ1) и (ТОБ2), для того чтобы непосредственно переносить тепло от потока (S2) на поток (S1).

B1

036481

**036481
B1**

Изобретение относится к способам регенерации адсорбера (А) путем контакта с потоком (S1), при котором поток (S1) нагревают предварительно, как минимум, двумя теплообменными блоками (ТОБ1) и (ТОБ2). В качестве выходящего из адсорбера (А) потока получают поток (S2), который проходит через, как минимум, два теплообменных блока (ТОБ1) и (ТОБ2) пересекаемые потоком (S1), при котором температура потока (S2), питающего каждый теплообменный блок, выше чем температура потока (S1), питающего теплообменные блоки (ТОБ1) и (ТОБ2), для того чтобы непосредственно переносить тепло от потока (S2) на поток (S1).

Технические органические композиции часто нуждаются в очистке от соединений, содержащих гетероатомы, в частности, гетероатомов, подобных кислороду или сере, перед их применением в качестве исходных материалов для каталитических реакций. Эти примеси могут ингибировать или уменьшать активность катализатора. 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 возврата тепла.

В DE 10 2008 007 081 A1 раскрыт способ получения n-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 возврата тепла.

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 способе возврата тепла.

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, способ возврата тепла не является 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. Для того чтобы повысить температуру регенерационной среды до необходимого уровня, расходуется энергия. Поэтому являются успешными способы, позволяющие эффективный возврат тепла от регенерационной среды, покидающей адсорбер. Подходящая регенерационная среда должна быть по существу свободной от олефинов и соединений, содержащих гетероатомы, в частности, свободна от соединений, содержащих кислород и/или серу. Остаточные олефины имеют тенденцию к образованию загрязняющего кокса и полимерных осадений на адсорбенте при температурах, применяемых во время способа 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 4,935,399 и US 4,935,400 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 4,935,399 включает нагревание слоя адсорбера непосредственно прибором, локализованным внутри слоя адсорбера, в US 4,935,400 слой адсорбера нагревают только путем очистки газообразным углеводородом. Оба документа объясняют применение углеводородных потоков для регенерации слоев адсорберов, содержащих молекулярные сита, но ни один из них не упоминает о возврате тепла от потоков способа.

В US 5,177,298 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. Однако, в US 5,177,298 не раскрывается ни способ, на которомстроен более чем один прибор для возврата тепла, ни гибкий способ, позволяющий эффективный возврат тепла при высокой и низкой температурах.

В US 6,673,239 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 гетероатомы. Однако ничего не упоминается в этом

изобретении о способе возврата тепла.

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. Кроме того, в документе не раскрывается способ возврата тепла с использованием более чем одного возвращающего тепло прибора для возврата тепла с того же самого потока.

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

Решение этой задачей достигается способом регенерации адсорбера (A), включающим следующие стадии a)-d):

- a) нагревание потока (S1) в, как минимум, двух теплообменных блоках (ТОБ1) и (ТОБ2),
- b) регенерация адсорбера (A) путем контакта с потоком (S1) с получением потока (S2), в качестве выходящего из адсорбера (A) потока,
- c) пропускание потока (S2) через теплообменный блок (ТОБ2), в котором температура потока (S2), питающего теплообменный блок (ТОБ2), выше чем температура потока (S1), питающего теплообменный блок (ТОБ2), для того чтобы перенести тепло от потока (S2) на поток (S1),
- d) пропускание потока (S2) через теплообменный блок (ТОБ1), в котором температура потока (S2), питающего теплообменный блок (ТОБ1), выше чем температура потока (S1), питающего теплообменный блок (ТОБ1), для того чтобы перенести тепло от потока (S2) на поток (S1), при котором
 - i) стадии c) и d) могут проводиться параллельно путем разделения потока (S2) на две части,
 - ii) за стадией c) следует стадия d) и температура потока (S2), питающего теплообменный блок (ТОБ2), выше или равна его температуре во время питания теплообменного блока (ТОБ1) и/или
 - iii) временно проводят только одну из стадий c) и d).

Способ согласно данному изобретению, применяющий, как минимум, два теплообменных блока, дает возможность для эффективного возврата тепла путем переноса тепла от одного потока (S2) способа на другой поток (S1) в способе регенерации адсорбера и соответственно охлаждения потока (S2) способа в то же самое время.

Варьирование целевых температур потока (S1) может быть осуществлено путем варьирования температур потока (S2) без необходимости введения тепла посредством обычных источников тепла и посредством теплообменных блоков, используемых для возврата тепла от потока (S2) в определенных интервалах температур. Этот эффект является особенно важным при регенерации адсорбера, поскольку требуемые целевые температуры для регенерационной среды являются переменными.

Альтернативно, более очевидные решения с использованием только одного теплообменного блока для возврата тепла от потока (S2), не в соответствии с данным изобретением, показывают меньшую гибкость и меньшую эффективность характеристик возврата тепла при варьировании температур потоков (S1) и (S2).

Например, если поток (S1) вначале прошел через теплообменный блок, за которым следовало прохождение парового нагревателя, то паровой нагреватель бесполезен, если возвращаемое тепло повышает температуру потока (S1) выше температуры водяного пара. Тепло, требуемое для достижения целевой температуры потока (S1), должно быть обеспечено вместо этого посредством электрического нагревателя, что приводит к расходу дополнительной электрической энергии. Следовательно, этот способ, в противоположность данному изобретению, будет неэффективным в интервалах высоких температур.

Однако, если применяют способ, в котором интегрирующий тепло блок и паровой нагреватель могут быть пройдены согласно предыдущему примеру или наоборот, то возврат тепла более не ограничен в области высоких температур. Хотя он ограничен температурой потока (S1), покидающего паровой нагреватель, или, другими словами, он ограничен в области низких температур. Кроме того, направления движения потока (S1) и (S2) в интегрирующем тепло блоке совпадают в случае простого прохождения по трубе, таким образом ограничивая теплообмен.

Эти альтернативные решения по сравнению с данным изобретением показывают, что тщательный отбор обычных и опирающихся на возврат тепла испарительных и нагревательных приборов, также как подбор актуальных направлений потока, являются решающими для эффективного возврата тепла и охлаждения потоков с варьирующимися температурами.

Когда применяют, как минимум, два теплообменных блока для возврата тепла от потока (S2), возврат тепла в данном изобретении не ограничен при низких или высоких температурах потока (S1) или (S2), поскольку один теплообменный блок может быть использован для возврата тепла от потока (S2) при высоких температурах и другой при низких температурах.

В одном из вариантов, один теплообменный блок применяют для возврата тепла от потока (S2) для испарения потока (S1), тогда как другой переносит тепло от потока (S2) для перегрева потока (S1). Соответственно, в то время, когда температура потока (S2) слишком низка для перегрева потока (S1), оставшееся тепло в потоке (S2) не потеряно, а может быть еще успешно использовано для испарения потока (S1).

В другом варианте данного изобретения поток (S1) может быть получен путем гидрирования потока (S0), включающего алканы и олефины, и после этого может быть применен для регенерации адсорбера, причем без значительного образования загрязняющих осадений кокса и полимеров на адсорбенте. Это имеет большое значение, в частности, в сочетании с другим вариантом изобретения, как пояснено в следующем абзаце.

В еще другом варианте данного изобретения поток (S1) происходит с более ранней стадии способа. Таким образом, данное изобретение позволяет применение компонентов в качестве регенерационной среды для адсорбера, так как эти компоненты были ранее очищены на том же самом адсорбере, но которые фактически являются побочными продуктами, например, в рамках способа получения октана при димеризации бутена. Такого рода побочные продукты обычно выбрасывают как отходы, а в рамках способа данного изобретения они могут быть с успехом применены/превращены в регенерационный поток.

По сравнению с другими способами предшествующего уровня техники, когда способ данного изобретения применяют для регенерации адсорберов, не требуется дополнительная стадия очистки для удаления соединений, содержащих серу и/или кислород, и/или другие гетероатомы, поскольку эти углеводородные смеси получены, например, как побочные продукты во время очистки технических смесей органических соединений, содержащих олефины, с помощью адсорберов. Поэтому нет необходимости в приобретении альтернативной регенерационной среды, такой как инертные газы.

Кроме того, другое преимущество данного изобретения можно представить из того факта, что в одном варианте данного изобретения допускается работа, как минимум, одного адсорбера в регенерационном режиме параллельно работе, как минимум, одного другого адсорбера в рабочем режиме на одном и том же заводе.

Для того чтобы обогатить регенерационную среду насколько возможно адсорбированными соединениями, содержащими гетероатомы, и соответственно расходовать регенерационную среду в как можно меньшем количестве, движение потока регенерационной среды может быть направлено противоположно движению потока любой органической композиции во время рабочего режима адсорбера.

Для охлаждения адсорбера регенерационную среду можно пропустить через адсорбер согласно направлению движения потока любой органической композиции во время рабочего режима, проявляя все преимущества температурного градиента внутри адсорбера, далее уменьшая расход регенерационной среды.

Кратко обобщая, эксплуатационные расходы и загрязнение окружающей среды уменьшаются путем уменьшения расхода энергии, потерь и рециркуляции в результате комбинации успешных мер, осуществленных в данном изобретении. Кроме того, данное изобретение обеспечивает способ эффективной регенерации адсорберов.

Изобретение рассмотрено более подробно ниже.

Данное изобретение относится к способу регенерации адсорбера (A), включающему следующие стадии a)-d).

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.

Адсорбер (A) может быть применен для адсорбции соединений, содержащих кислород и/или серу, из органических композиций. Предпочтительно адсорбер (A) 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 адсорбции соединений, содержащих кислород и/или серу, из органических композиций.

Предпочтительными адсорбентами являются, например, молекулярные сита с диаметром пор от 4 до 15Å. Более того, применяемые молекулярные сита являются кристаллическими, природными силикатами алюминия, подобными слоеным решетчатым силикатам или синтетическим молекулярным ситам. Кроме того, могут применяться имеющиеся в продаже молекулярные сита фирм Bayer AG, Dow, Union Carbide, Laporte или Mobil. Эти молекулярные сита могут быть, например, цеолитами A-, X- 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 слой которых включены 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 Селексорб CDL у фирмы BAS F.

Предпочтительно адсорбер (А) базируется на оксиде алюминия, и/или адсорбер может применяться для адсорбции соединений, содержащих кислород и/или серу, из органических композиций, предпочтительно адсорбер (А) может применяться для адсорбции простых эфиров, спиртов, тиолов, простых тиоэфиров, сульфоксидов, кетонов, альдегидов или их смесей.

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

Соответственно, адсорбер, в рамках данного изобретения, может, как минимум, действовать в операционных режимах: рабочем режиме или регенерационном режиме.

Адсорбер, в рамках 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, как правило, не проходившим через адсорбер до этого, питают адсорбер, и соединения из этого потока, содержащие кислород и/или серу, адсорбируются полностью или, как минимум, частично на адсорбенте.

Предпочтительно, как минимум, 50%, более предпочтительно, как минимум, 80%, еще более предпочтительно, как минимум, 97% соединений, содержащих кислород и/или серу, адсорбируются из потока, содержащего органическую композицию согласно предыдущему абзацу.

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

Стадии а), b), c) и d) в способе регенерации адсорбера согласно данному изобретению подробно описаны ниже.

На стадии а) поток (S1) нагревают в, как минимум, двух теплообменных блоках (ТОВ1) и (ТОВ2).

Поток (S1)

i) 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 алкан представляет собой бутан, и/или

ii) может содержать 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 представляет собой бутен.

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 может быть, например, линейным, разветвленным и/или циклическим и его выбирают 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.

Олефин в потоке (S1), потоке (S2) и потоке (S0) ((S2) и (S0), как определено ниже) может включать, как минимум, один линейный, разветвленный, циклический моноолефин и/или, как минимум, один 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 дцен. 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.

Теплообменные блоки такие, которые известны специалистам. Как минимум, один теплообменный блок (ТОВ1) и (ТОВ2) и/или другой теплообменный блок, применяемый в способе, может быть предпочтительно испарителем, базирующимся на возврате тепла, или перегревателем, базирующимся на возврате тепла.

В рамках данного изобретения, испаритель означает устройство, которое превращает поток из жидкой фазы в газовую фазу путем переноса тепла на жидкий поток.

Любой испаритель, известный специалистам, базирующийся на возврате тепла, способный переносить тепло с потока (S2) (как описано ниже) на поток (S1), может быть применен в качестве теплообменного блока (ТОБ1) и/или (ТОБ2).

Предпочтительно испарители, применяемые в качестве теплообменного блока (ТОБ1) и/или (ТОБ2) относятся к кожухо-трубчатому типу и/или к котловому типу.

Перегревание, в контексте данного изобретения, означает дальнейшее увеличение температуры уже газового потока (S1), предпочтительно путем переноса тепла от газового потока (S2).

Любой перегреватель, известный специалистам, базирующийся на возврате тепла, способный переносить тепло от потока (S2) (как описано ниже) на поток (S1), может быть применен в качестве теплообменного блока (ТОБ1) и/или (ТОБ2).

Предпочтительно, перегреватели, применяемые в качестве теплообменного блока (ТОБ1) и/или (ТОБ2) являются теплообменниками в виде пучка труб.

В зависимости от температуры, фактически требуемой в заданное время способа, перенос тепла на жидкий или газовый поток (S1) с помощью соответствующих испарителей и/или перегревателей, включая другие испарители/перегреватели, как пояснено ниже, может быть уменьшен, полностью остановлен, и/или один или любое число испарителей и/или один или любое число перегревателей могут быть байпасными потоку (S1).

Предпочтительно газовый поток (S1) проходит через теплообменный блок (ТОБ1) и/или (ТОБ2) и перенос тепла уменьшается или останавливается, когда требуются более низкие температуры для газового потока (S1).

Предпочтительно теплообменные блоки (ТОБ1) и/или (ТОБ2) являются байпасными, если требуется жидкий поток (S1).

Кроме испарителей и/или перегревателей, базирующихся на возврате тепла, которые могут применены в качестве теплообменного блока (ТОБ1) или (ТОБ2), могут быть применены другие испарители и/или перегреватели, в которых тепло переносится на поток (S1) от другой среды чем поток (S2) или от другого источника тепла. Такими средами могут быть, например, водяной пар (газообразная вода) или другие газовые среды, углеводороды, масла или соли.

Тот же самый тип переносящей тепло среды может быть применен для всех других испарителей и/или перегревателей, или различные типы переносящей тепло среды для каждого индивидуального прибора или группы испарителей и/или перегревателей могут быть использованы.

Другим источником тепла может быть электрическая энергия. Соответственно, эти другие испарители и/или перегреватели могут быть электрическими испарителями и/или электрическими перегревателями.

Испарение и перегревание можно проводить в разных приборах и/или может быть объединено в, как минимум, одном приборе, способном выполнять обе функции, например, кожухотрубчатый теплообменник вставленный наверху испарителя котлового типа.

Поток (S1) может проходить последовательно или параллельно через применяемые испарители и/или перегреватели.

Другой вариант способа согласно данному изобретению включает, как минимум, одну, предпочтительно все опции i)-v), как показано ниже:

i) как минимум, один испаритель представляет собой котловый испаритель или кожухотрубчатый испаритель, и/или

ii) как минимум, один перегреватель представляет собой многотрубчатый теплообменник, и/или

iii) поток (S1) проходит на стадию а) через, как минимум, один перегреватель (П1), предпочтительно работающий с водяным паром, до того как его пропускают через теплообменный блок (ТОБ2), и/или

iv) поток (S1) проходит на стадию а) через, как минимум, один испаритель, предпочтительно работающий с водяным паром, до того как его пропускают через теплообменный блок (ТОБ2), и/или

v) поток (S1) проходит на стадию а) через, как минимум, один другой перегреватель, предпочтительно электрический нагреватель, после прохождения теплообменного блока (ТОБ2).

Стадия а) может включать, как минимум, одну из промежуточных стадий а1)-а6):

а1) питание жидким потоком (S1) расширителя (Р), для того чтобы получить газовый поток (S1) и жидкий поток (S1);

а2) перегревание газового потока (S1), при необходимости полученного на любой из промежуточных стадий а1), а3), а4), а5) и/или а6), в перегревателе (П1), предпочтительно в паровом перегревателе;

а3) перегревание газового потока (S1), при необходимости полученного на любой из промежуточных стадий а1), а2), а4), а5) и/или а6), в теплообменном блоке (ТОБ2), который представляет собой перегреватель, в котором тепло возвращают от потока (S2);

а4) перегревание газового потока (S1), при необходимости полученного на любой из промежуточных стадий а1), а2), а3), а5) и/или а6), в другом перегревателе (Н), предпочтительно в электрическом нагревателе;

а5) превращение жидкого потока (S1), при необходимости полученного на промежуточной стадии а1), в теплообменном блоке (ТОБ1), который представляет собой испаритель, причем, тепло возвращает-

ся от потока (S2) в газовый поток (S1), используемый на любой из стадий a2), a3) и/или a4);

а6) превращение жидкого потока (S1), при необходимости остающегося со стадии a5), в испарителе (И), предпочтительно в испарителе, базирующемся на водяном паре, в газовый поток (S1), и полученный газовый поток (S1) используют на любой из стадий a2), a3), и/или a4);

предпочтительно стадия а) включает все промежуточные стадии a1)-а6), предпочтительно все факультативные отношения являются не факультативными и/или предпочтительно стадии a2), a3) и a4) проводят в порядке a2), за которой следует a3), за которой следует a4).

На промежуточной стадии a1) жидким потоком (S1), происходящим, например, из стадии e), с давлением от 5 до 80 бар, предпочтительно от 10 до 50 бар, еще более предпочтительно от 20 до 30 бар питают расширитель, в котором давление жидкого потока (S1) уменьшают до 4-16 бар, предпочтительно до 7-13 бар, еще более предпочтительно до 8-11 бар.

Уменьшение давления жидкого потока (S1) в расширителе по сравнению, например, с давлением жидкого потока (S1), полученного на стадии e), может привести к превращению, как минимум, части жидкого потока (S1) в газовую фазу. Остающийся жидкий поток (S1) при понижении давления можно превратить в газовую фазу согласно стадии a5) и/или a6).

При уменьшении давления жидкого потока (S1), предпочтительно в расширителе, по сравнению с давлением жидкого потока (S1), полученного на стадии a), от 0 до 80%, предпочтительно менее чем 10% жидкого потока (S1) может быть превращено в газовую фазу.

В другом варианте данного изобретения адсорбер (A), подлежащий регенерации на стадии a) является частью агрегата, который содержит, как минимум, один другой адсорбер, предпочтительно, как минимум, один другой адсорбер находится в его рабочей моде во время регенерации первого адсорбера (A) и/или каждый адсорбер внутри агрегата идентичен в отношении материала адсорбера и/или его рабочего режима.

На стадии b) адсорбер (A) регенерируют в результате контакта с потоком (S1), получая в качестве выходящего потока из адсорбера (A) поток (S2).

Поток (S2)

i) может содержать, как минимум, один алкан и 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 представляет собой бутен, и/или

ii) при необходимости, как минимум, одно соединение, содержащее кислород и/или серу.

Предпочтительно алкан содержит 1-14, более предпочтительно 3-10, еще более предпочтительно 4-6 атомов углерода в его самой длинной углеродной цепи.

Как минимум, один алкан может быть, например, линейным, разветвленным и/или циклическим и его выбирают из ряда, включающего метан, этан, пропан, бутан, пентан, гексан, гептан, октан, нонан и декан. Предпочтительно, как минимум, один алкан является бутаном.

Стадия b) может включать, как минимум, одну из промежуточных стадий b1)-b5):

b1) нагревание адсорбера (A) путем контакта с газовым потоком (S1), при котором газовый поток (S1) конденсируется внутри адсорбера,

b2) нагревание адсорбера (A) путем контакта с газовым потоком (S1) вплоть до температуры в интервале от 230 до 270°C без какой-либо конденсации газового потока (S1) внутри адсорбера,

b3) регенерация адсорбера (A) при температуре в интервале от 230 до 270°C путем контакта с газовым потоком (S1),

b4) охлаждение адсорбера путем контакта с газовым потоком (S1), и/или

b5) охлаждение адсорбера (A) путем контакта с жидким потоком (S1) до температуры ниже 80°C, предпочтительно температуры в интервале от 40 до 60°C,

предпочтительно регенерация включает промежуточные стадии b1), за которой следует b2), за которой следует b3), за которой следует b4) и за которой следует b5).

Конденсация, означающая превращение из газовой в жидкую фазу компонентов, входящих в поток (S1) на стадии b1), обычно имеет место тогда, когда, как минимум, одно место, означающее пространственный элемент внутри адсорбера, являющееся адсорбентом и/или стенкой адсорбера, имеет температуру, которая ниже чем температура точки росы соответствующего компонента, входящего в газовый поток (S1), присутствующий в этом месте.

Давление в адсорбере (A), находящемся в регенерационном режиме, определяется давлением потока (S1) в адсорбере.

В случае проведения стадии e) и/или a1) (как описано ниже), давление потока (S1) в адсорбере (A) идентично или меньше чем давление потока (S1), полученного на стадии e) и/или a1).

В другом варианте способ согласно данному изобретению включает, как минимум, одно, предпочтительно все возможные условия i)-iii) приведенные ниже:

i) температура газового потока (S1) не более чем на 100°C, предпочтительно не более чем на 60°C, выше чем у адсорбера (A), особенно во время стадий нагревания b1) и/или b2), и/или

ii) температура газового или при необходимости жидкого потока (S1) не более чем на 100°C, предпочтительно не более чем на 60°C, ниже чем у адсорбера, особенно во время стадий охлаждения b4)

и/или b5), и/или

iii) нагревание адсорбера не превышает 60°C/ч, предпочтительно не превышает 40°C/ч.

Предпочтительно направление движения газового потока (S1) через адсорбер (A) на стадиях b1), b2) и/или b3) противоположно направлению движения потока любой органической композиции через тот же самый адсорбер (A) во время его рабочего режима, и/или газовый поток (S1) на стадии b4) и/или жидкий поток (S1) на стадии b5) имеют то же самое направление движения потока через адсорбер (A), что и направление движения потока любой органической композиции через тот же самый адсорбер (A) во время его рабочего режима.

Органическая композиция обычно содержит, как минимум, один олефин, как минимум, один алкан и при необходимости, как минимум, одно соединение, содержащее кислород и/или серу. Органическая композиция содержит предпочтительно, как максимум, 80 вес.%, более предпочтительно, как максимум, 70 вес.%, еще более предпочтительно, как максимум, 50 вес.%, как минимум, одного алкана. Предпочтительно, как минимум, один алкан является бутаном.

Кроме того, органическая композиция содержит предпочтительно, как минимум, 19 вес.%, более предпочтительно, как минимум, 29 вес.%, еще более предпочтительно, как минимум, 49 вес.%, как минимум, одного олефина. Предпочтительно, как минимум, один олефин является бутеном.

На стадии c) поток (S2) пропускают через теплообменный блок (ТОБ2), причем, температура потока (S2), питающего теплообменный блок (ТОБ2), выше чем температура потока (S1), питающего теплообменный блок (ТОБ2), для того чтобы перенести тепло от потока (S2) на поток (S1).

В предпочтительном варианте изобретения

i) на стадии d) теплообменный блок (ТОБ1) представляет собой испаритель, для того чтобы превратить поток (S1) из жидкой в газовую фазу, и/или на стадии c) теплообменный блок (ТОБ2) представляет собой перегреватель, для того чтобы перегреть поток (S1), и/или

ii) поток (S1) проходит на стадию a) через теплообменный блок (ТОБ1) перед (ТОБ2).

На стадии d) поток (S2) пропускают через теплообменный блок (ТОБ1), в котором температура потока (S2), питающего теплообменный блок (ТОБ1), выше чем температура потока (S1), питающего теплообменный блок (ТОБ1), для того чтобы перенести тепло от потока (S2) на поток (S1), при котором

i) стадии c) и d) могут проводиться параллельно путем разделения потока (S2) на две части,

ii) за стадией c) следует стадия d) и температура потока (S2), питающего теплообменный блок (ТОБ2), выше или равна его температуре во время питания теплообменного блока (ТОБ1), и/или

iii) временно проводят только одну из стадий c) и d).

Предпочтительно поток (S2) проходит в противоположном направлении к потоку (S1) через теплообменный блок на стадии c) и/или стадии d).

Предпочтительно поток (S2) охлаждают/конденсируют, как минимум, одним конденсатором и/или холодильником после того, как их обработали согласно стадии c) и/или d).

На возможной дополнительной стадии e), проводимой перед стадией a), поток (S1) получают при гидрировании потока (S0), и поток (S0) содержит, как минимум, один алкан и, как минимум, один олефин всего, как минимум, 96 вес.%, более предпочтительно всего, как минимум, 99 вес.%, еще более предпочтительно всего, как минимум, 99,5 вес.%.
Поток (S0) содержит бутан и бутен, предпочтительно, как минимум, 96 вес.% бутана и не более чем 4 вес.% бутена.

Гидрирование можно проводить любым подходящим способом, который известен специалистам.

Полезным может оказаться каталитическое гидрирование с применением, как минимум, одного катализатора и источника водорода.

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

Гидрирование можно проводить, как с применением H₂-газа, так и в виде гидрирования с каталитическим переносом, с применением, например, формиата аммония, силлилгидридов, NaBH₄, циклогексена или спирта, подобного метанолу или пропанолу, в качестве источника водорода. Предпочтительно гидрирование проводят с применением H₂-газа в качестве источника водорода.

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

Любой растворитель, известный специалистам, который подходит для проведения гидрирования, может быть применен.

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

Альтернативно, гидрирование можно проводить без применения растворителя.

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

Любой реактор, известный специалистам, подходящий для проведения гидрирования, может быть применен.

Предпочтительно применяют реактор с орошаемым слоем для проведения гидрирования.

В другом варианте способа согласно данному изобретению потоки (S1) и/или (S0) происходят из органической композиции, которая раньше была очищена тем же самым адсорбером (А) или похожим другим адсорбером во время рабочего режима соответствующего адсорбера.

В еще одном варианте способа согласно данному изобретению олигомеризацию олефинов, предпочтительно димеризацию бутена в октен, и/или стадию дистилляции для отделения бутана от бутена проводят перед стадией гидрирования е) и после очистки органической композиции, использующей, как минимум, один адсорбер в его рабочем режиме.

Описание фигур

Фиг. 1 и 2 иллюстрирует 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.

На фиг. 1 показан наиболее базовый агрегат данного изобретения. Поток (S1) проходит через теплообменный блок (ТОБ1) а затем через теплообменный блок (ТОБ2). Затем потоком (S1), который получен, питают адсорбер (А) и выходящим потоком (S2) питают теплообменные блоки (ТОБ1) и (ТОБ2), если температура потока (S2) в соответствующем теплообменном блоке (ТОБ1) и (ТОБ2) выше чем у потока (S1), для того чтобы перенести тепло от потока (S2) на поток (S1). Пунктирная стрелка представляет временно возможный поток (S2), который не является частью изобретения.

На фиг. 2 показан другой возможный вариант.

Потоком (S1) питают расширитель (Р) и затем его направляют в теплообменный блок (ТОБ1) и в перегреватель (П1). Из теплообменного блока (ТОБ1) поток (S1) проходит напрямую или через испаритель (И) в перегреватель (П1). Затем поток (S1) проходит в теплообменный блок (ТОБ2) и через дополнительный перегреватель (Н), предпочтительно электрический нагреватель, в адсорбер (А). Выходящий поток (S2) адсорбера (А) направляют в теплообменный блок (ТОБ1) и (ТОБ2) согласно базового агрегата, представленного на фиг. 1.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ регенерации адсорбера А, включающий следующие стадии а)-д):
 - а) нагревание потока S1 в, как минимум, двух теплообменных блоках ТОБ1 и ТОБ2,
 - б) регенерация адсорбера А путем контакта с потоком S1 с получением потока S2, в качестве выходящего из адсорбера А потока,
 - в) пропускание потока S2 через теплообменный блок ТОБ2, в котором температура потока S2, питающего теплообменный блок ТОБ2, выше чем температура потока S1, питающего теплообменный блок ТОБ2, для того чтобы перенести тепло от потока S2 на поток S1,
 - г) пропускание потока S2 через теплообменный блок ТОБ1, в котором температура потока S2, питающего теплообменный блок ТОБ1, выше чем температура потока S1, питающего теплообменный блок ТОБ1, для того чтобы перенести тепло от потока S2 на поток S1, при котором
 - и) стадии в) и г) проводят параллельно путем разделения потока S2 на две части,
 - и в котором регенерация адсорбера на стадии б) включает следующие промежуточные стадии б1)-б5):
 - б1) нагревание адсорбера А путем контакта с газовым потоком S1, при котором газовый поток S1 конденсируется внутри адсорбера,
 - б2) нагревание адсорбера А путем контакта с газовым потоком S1 вплоть до температуры в интервале от 230 до 270°C без какой-либо конденсации газового потока S1 внутри адсорбера,
 - б3) регенерация адсорбера А при температуре в интервале от 230 до 270°C путем контакта с газовым потоком S1,
 - б4) охлаждение адсорбера путем контакта с газовым потоком S1, и
 - б5) охлаждение адсорбера А путем контакта с жидким потоком S1 до температуры ниже 80°C, и в стадии б), за стадией б1) следует б2), следует б3), следует б4) и следует б5), и нагревание адсорбера не превышает 60°C/ч и температура газового потока S1 не более чем на 100°C выше, чем у адсорбера А во время стадии нагревания б1), и температура газового потока S1 не более чем на 100°C ниже, чем у адсорбера во время стадии охлаждения б4).
2. Способ по п.1, в котором на стадии б5) адсорбер А охлаждают до температуры в интервале от 40 до 60°C.
3. Способ по п.1 или 2, в котором температура жидкого потока S1 не более чем на 100°C ниже, чем у адсорбера во время стадии охлаждения б5).
4. Способ по любому из пп.1-3, в котором, как минимум, один из теплообменных блоков ТОБ1 и ТОБ2 и/или любой дополнительный теплообменный блок, применяемый в способе, представляет собой испаритель, базирующийся на возврате тепла, или перегреватель, базирующийся на возврате тепла.
5. Способ по п.4, в котором

i) на стадии d) теплообменный блок ТОВ1 представляет собой испаритель, для того чтобы превратить поток S1 из жидкой в газовую фазу, и/или на стадии c) теплообменный блок ТОВ2 представляет собой перегреватель, для того чтобы перегреть поток S1, и/или

ii) поток S1 проходит на стадию a) через теплообменный блок ТОВ1 перед ТОВ2.

6. Способ по п.4 или 5, в котором

i) как минимум, один испаритель представляет собой котловый испаритель или кожухотрубчатый испаритель,

ii) как минимум, один перегреватель представляет собой многотрубчатый теплообменник, и/или

iii) поток S1 проходит на стадию a) через, как минимум, один перегреватель П1, предпочтительно работающий с водяным паром до того, как его пропускают через теплообменный блок ТОВ2, и/или

iv) поток S1 проходит на стадию a) через, как минимум, один испаритель, предпочтительно работающий с водяным паром до того, как его пропускают через теплообменный блок ТОВ2, и/или

v) поток S1 проходит на стадию a) через, как минимум, один другой перегреватель, предпочтительно электрический нагреватель, после прохождения теплообменного блока ТОВ2.

7. Способ по любому из пп.1-6, в котором поток S2 проходит противотоком к потоку S1 через теплообменный блок на стадии c) и/или стадии d).

8. Способ по любому из пп.1-7, в котором поток S1

i) 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, и/или

ii) 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 представляет собой бутен.

9. Способ по любому из пп.1-8, в котором

i) поток S1 получают на стадии e), проводимой перед стадией a), при гидрировании потока S0, и поток S0 содержит, как минимум, один алкан и, как минимум, один олефин всего, как минимум, 96 %, более предпочтительно всего, как минимум, 99 вес.%, еще более предпочтительно всего, как минимум, 99,5 вес.%, и/или

ii) поток S0 содержит бутан и бутен, предпочтительно, как минимум, 96 вес.% бутана и не более чем 4 вес.% бутена.

10. Способ по любому из пп.1-9, в котором поток S2

i) содержит, как минимум, один алкан и 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 представляет собой бутен, и/или

ii) при необходимости содержит, как минимум, одно соединение, содержащее кислород и/или серу, и/или

iii) охлаждают/конденсируют, как минимум, одним конденсатором и/или холодильником после обработки согласно c) и/или d).

11. Способ по любому из пп.1-10, в котором стадия a) включает промежуточные стадии a1)-a6):

a1) питание жидким потоком S1 расширителя P, для того чтобы получить газовый поток S1 и жидкий поток S1;

a2) перегревание газового потока S1, при необходимости полученного на любой из промежуточных стадий a1), a3), a4), a5) и/или a6), в перегревателе П1, предпочтительно в паровом перегревателе;

a3) перегревание газового потока S1, при необходимости полученного на любой из промежуточных стадий a1), a2), a4), a5) и/или a6), в теплообменном блоке ТОВ2, который представляет собой перегреватель, в котором тепло возвращают от потока S2;

a4) перегревание газового потока S1, при необходимости полученного на любой из промежуточных стадий a1), a2), a3), a5) и/или a6), в другом перегревателе Н) предпочтительно в электрическом нагревателе;

a5) превращение жидкого потока S1, при необходимости полученного на промежуточной стадии a1), в теплообменном блоке ТОВ1, который представляет собой испаритель, причем, тепло возвращают от потока S2, в газовый поток S1, используемый на любой из стадий a2), a3) и/или a4);

a6) превращение жидкого потока S1, при необходимости остающегося со стадии a5), в испарителе И, предпочтительно в испарителе, базирующемся на водяном паре, в газовый поток S1, и полученный газовый поток S1 используют на любой из стадий a2), a3), и/или a4);

предпочтительно стадия a) включает все промежуточные стадии a1)-a6), предпочтительно все факультативные отношения являются не факультативными, и/или

предпочтительно стадии a2), a3) и a4) проводят в последовательности a2), за которой следует a3), за которой следует a4).

12. Способ по п.1, в котором направление движения газового потока S1 через адсорбер А на стадиях b1), b2) и/или b3) противоположно направлению движения любой органической композиции через тот же самый адсорбер А во время его рабочего режима, и/или газовый поток S1 на стадии b4) и/или жидкий

поток S1 на стадии b5) имеет то же самое направление движения через адсорбер А, что и направление движения любой органической композиции через тот же самый адсорбер А во время его рабочего режима.

13. Способ по п.9, в котором потоки S1 и/или S0 происходят от органической композиции, которая была ранее очищена на том же самом адсорбере А или на похожем другом адсорбере во время рабочего режима соответствующего адсорбера.

14. Способ по п.9, в котором олигомеризацию олефинов, предпочтительно димеризацию бутена в октен, и/или стадию дистилляции для отделения бутана от бутена проводят перед стадией гидрирования е) и после очистки органической композиции, применяющей, как минимум, один адсорбер в его рабочем режиме.

15. Способ по любому из пп.1-14, в котором адсорбер А, подлежащий регенерации на стадии а), 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 А и/или каждый адсорбер в этом агрегате является идентичным в отношении материала адсорбера и/или его операционного режима.

16. Способ по п.1 или 2, в котором температура газового потока S1 не более чем на 100°C выше, чем у адсорбера А во время стадии нагревания b2).

17. Способ регенерации адсорбера А, включающий следующие стадии а)-д):

а) нагревание потока S1 в, как минимум, двух теплообменных блоках ТОБ1 и ТОБ2,

б) регенерация адсорбера А путем контакта с потоком S1 с получением потока S2 в качестве выходящего из адсорбера А потока,

с) пропускание потока S2 через теплообменный блок ТОБ2, в котором температура потока S2, питающего теплообменный блок ТОБ2, выше, чем температура потока S1, питающего теплообменный блок ТОБ2, для того чтобы перенести тепло от потока S2 на поток S1,

д) пропускание потока S2 через теплообменный блок ТОБ1, в котором температура потока S2, питающего теплообменный блок ТОБ1, выше, чем температура потока S1, питающего теплообменный блок ТОБ1, для того чтобы перенести тепло от потока S2 на поток S1, при котором

ii) за стадией с) следует стадия д) и температура потока S2, питающего теплообменный блок ТОБ2, выше или равна его температуре во время питания теплообменного блока ТОБ1,

и в котором регенерация адсорбера на стадии б) включает следующие промежуточные стадии b1)-b5):

b1) нагревание адсорбера А путем контакта с газовым потоком S1, при котором газовый поток S1 конденсируется внутри адсорбера,

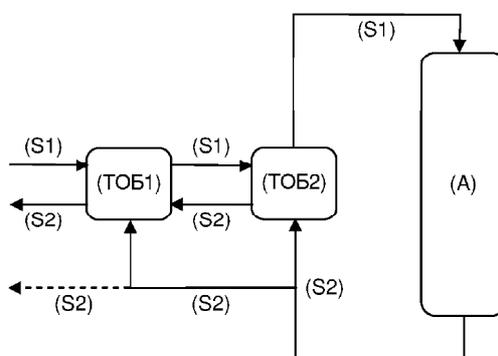
b2) нагревание адсорбера А путем контакта с газовым потоком S1 вплоть до температуры в интервале от 230 до 270°C без какой-либо конденсации газового потока S1 внутри адсорбера,

b3) регенерация адсорбера А при температуре в интервале от 230 до 270°C путем контакта с газовым потоком S1,

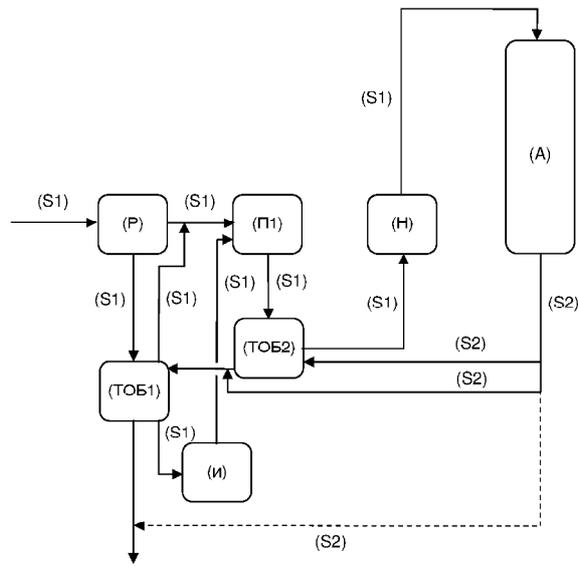
b4) охлаждение адсорбера путем контакта с газовым потоком S1, и

b5) охлаждение адсорбера А путем контакта с жидким потоком S1 до температуры ниже 80°C,

и в стадии б), за стадией b1) следует b2), следует b3), следует b4) и следует b5), и нагревание адсорбера не превышает 60°C/ч и температура газового потока 1) не более чем на 100°C выше, чем у адсорбера А во время стадии нагревания b1), и температура газового потока S1 не более чем на 100°C ниже, чем у адсорбера во время стадии охлаждения b4).



Фиг. 1



Фиг. 2

