

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **039573**

(13) **B1**

(12) ОПИСАНИЕ ИЗОБРЕТЕНИЯ К ЕВРАЗИЙСКОМУ ПАТЕНТУ

(45) Дата публикации и выдачи патента
2022.02.11

(51) Int. Cl. **B01D 3/14** (2006.01)
B01D 3/00 (2006.01)
B01D 1/28 (2006.01)

(21) Номер заявки
201892111

(22) Дата подачи заявки
2017.01.30

(54) СПОСОБ ИЗВЛЕЧЕНИЯ АЛЬДЕГИДА, ПОЛУЧЕННОГО ПУТЕМ ГИДРОФОРМИЛИРОВАНИЯ, С ИСПОЛЬЗОВАНИЕМ ДВУХ КОЛОНН С УВЕЛИЧИВАЮЩИМСЯ ДАВЛЕНИЕМ

(31) **1604608.8**

(56) US-A-5675041
EP-A1-2896442
US-A-4210426
DE-A1-102007004788
US-A1-2013213792

(32) **2016.03.18**

(33) **GB**

(43) **2019.02.28**

(86) **PCT/GB2017/050234**

(87) **WO 2017/158315 2017.09.21**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
**ДЖОНСОН МЭТТИ ДЭЙВИ
ТЕКНОЛОДЖИЗ ЛИМИТЕД (GB)**

(72) Изобретатель:
Смидт Мартин Лукас (GB)

(74) Представитель:
Медведев В.Н. (RU)

(57) Способ отделения альдегида и второго компонента от исходного потока (3а, 3b, 3с), содержащего альдегид и второй компонент, при этом указанный способ включает стадии, на которых исходный поток подают в один или оба резервуара из числа первого разделительного резервуара (1), работающего при первом давлении, и второго разделительного резервуара (2), работающего при втором давлении, причем указанное второе давление больше указанного первого давления; осуществляют работу указанного первого разделительного резервуара (1) и указанного второго разделительного резервуара (2) так, что в них происходит разделение; отводят поток (4) продукта - альдегида из нижней части или из места вблизи нижней части первого разделительного резервуара (1), при этом указанный поток (4) продукта - альдегида - характеризуется большей концентрацией альдегида, чем в исходном потоке (3а, 3b, 3с); отводят поток (8) второго компонента из верхней части или из места вблизи верхней части второго разделительного резервуара (2), при этом указанный поток второго компонента характеризуется большей концентрацией второго компонента, чем в исходном потоке (3а, 3b, 3с); отводят первый рециркулируемый поток (5, 6) из верхней части или из места вблизи верхней части первого разделительного резервуара (1) и подают его во второй разделительный резервуар (2); и отводят второй рециркулируемый поток (9, 10) из нижней части или из места вблизи нижней части второго разделительного резервуара (2) и подают его в первый разделительный резервуар (1).

B1

039573

039573

B1

Настоящее изобретение относится к способу отделения двух или более компонентов от смеси, в которой из-за чувствительности к температуре рабочие диапазоны температуры, приемлемые для разделения, ограничены. Более конкретно, настоящее изобретение относится к способу отделения альдегида от олефина, из которого этот альдегид получен по реакции гидроформилирования. Алкан, соответствующий олефину, также может присутствовать в смеси и нуждаться в отделении. Настоящее изобретение особенно хорошо подходит для отделения масляного альдегида от пропилена, иногда с пропаном, отделения валерианового альдегида от бутилена, иногда с бутаном, и отделения пропионового альдегида от этилена, иногда с этаном. Настоящее изобретение также может быть применено для отделения альдегида от других соединений, в том числе, например, соответствующего ненасыщенного альдегида альдольной конденсации.

Необходимость отделения двух или более компонентов от смеси является вопросом, который рассматривается уже много лет. Хотя известны и с успехом используются различные способы отделения, такие как перегонка, все еще имеются проблемы, связанные с разделением некоторых смесей, в частности, в которых чувствительность к температуре одного или нескольких компонентов смеси ограничивает диапазон рабочей температуры, которая может быть применена при разделении.

Одним из примеров процесса отделения, сопряженного с ограничением рабочей температуры, является отделение альдегида, полученного путем гидроформилирования, от олефина, из которого он образовался. Смесь, подлежащая разделению, может дополнительно содержать алкан, соответствующий олефину, поскольку олефин, подаваемый на реакцию гидроформилирования, как правило, содержит некоторое количество алкана. Так, одним из примеров является отделение масляного альдегида от пропилена и, необязательно, пропана. В случае полного превращения олефина, все же, как правило, может иметь место необходимость отделения альдегида от алкана. Так, одним из примеров является отделение масляного альдегида от пропана. Поток продукта реактора гидроформилирования, от которого нужно отделить масляный альдегид, как правило, также содержит синтез-газ, а также инертные примеси, такие как азот, диоксид углерода и аргон, что следует учитывать при разработке схемы разделения.

Реакции гидроформилирования, такие как образование масляного альдегида из пропилена, обычно проводят с использованием родиевого катализатора с трифенилфосфиновым лигандом. Обычно они проходят при ограниченной степени конверсии за один проход, примерно от 80 до 90%. Считается, что каталитический комплекс стабилизируется благодаря присутствию пропилена. То есть при конверсии, близкой к 100%, когда концентрация пропилена уменьшается до нуля, каталитический комплекс становится менее устойчивым, что может привести к большим потерям родия, что, в свою очередь, влияет на экономические показатели процесса. Для повышения рентабельности весь не превращенный пропилен, выходящий из реактора в потоке продукта, необходимо извлекать и рециркулировать в реактор.

В катализаторе могут быть использованы другие лиганды, такие как фосфиты. Хотя они и могут быть более устойчивыми в отсутствие пропилена и, следовательно, позволяют достичь конверсии за один проход, близкой к 100%, имеется много проблем, связанных с их использованием. Дело в том, что скорость гидроформилирования приблизительно пропорциональна концентрации пропилена. При конверсии, близкой к 100%, концентрация пропилена приближается к нулю, следовательно, скорость реакции также приближается к нулю. Это означает, что для достижения высокой конверсии нужен реактор большего размера, из-за чего процесс может стать нерентабельным с точки зрения капитальных и эксплуатационных затрат. Таким образом, обычные способы необходимо осуществлять при ограниченной конверсии за один проход и извлекать и рециркулировать не превращенный пропилен.

Таким образом, желательно не только отделять целевой продукт - альдегид, также желательно отделять непрореагировавший олефин, рециркулируемый в реактор гидроформилирования.

Аналогичные проблемы возникают и при отделении других альдегидов от соответствующих олефинов и, необязательно, соответствующих алканов, и при использовании других катализаторов.

Было внесено множество предложений, связанных с разделением потока продуктов реакций гидроформилирования. US 2003/176743 является одним из примеров так называемого способа "рециркуляции газа". В соответствии с данным способом газообразный поток, содержащий непрореагировавший олефин, соответствующий алкан, непрореагировавший синтез-газ и продукт - альдегид, выводят из газового пространства реактора. Затем его охлаждают, в результате чего он частично конденсируется, и направляют в резервуар разделения фаз, где газ отделяют от жидкости. Газообразную часть рециркулируют в реактор гидроформилирования. Жидкую фазу, которая содержит альдегид, непрореагировавший олефин и растворенный в них алкан, подают в колонну-дегазатор, из которой сверху получают смесь олефина и алкана, а продукт - альдегид - выводят из нижней части колонны. Смесь олефина и алкана подают в ректификационную колонну, где от олефина отделяют часть алкана. Алкан, полученный в ректификационной колонне, может быть выведен из системы, а олефин может быть рециркулирован в реактор. Таким образом, колонна-дегазатор является эффективной в отношении разделения олефина и алкана/альдегида. Некоторое количество альдегида, выходящее из верхней части колонны-дегазатора, отделяется в ректификационной колонне вместе с алканом и, следовательно, теряется. Точно так же олефин, выходящий из колонны-дегазатора с альдегидом, не возвращается в реактор и, следовательно, теряется.

Альтернативный вариант описан в US 5516965. В соответствии с этим вариантом газообразный или

состоящий из нескольких фаз отходящий поток охлаждают до температуры, при которой конденсируется некоторое количество альдегида. Жидкий альдегид отделяют в испарительном барабане, после чего подают в отгоночный резервуар, где его подвергают обработке не содержащим ненасыщенных соединений газом и получают продукт - альдегид, отделенный от олефина, и газообразный отходящий поток, содержащий олефин. Газообразные отходящие потоки отгоночного резервуара и испарительного барабана соединяют, после чего охлаждают и получают поток, направляемый в абсорбционную колонну.

Верхняя часть абсорбционной колонны функционирует при низкой температуре, достаточной для образования потока флегмы, содержащей алкан. Верхняя часть выполняет роль ректификационной секции перегонной колонны, устранивающей альдегид и позволяющей получать, по существу, не содержащий альдегида поток головного продукта, который содержит инертные газы, оставшиеся после реакции, и нестехиометрические компоненты, такие как водород, с температурой кипения близкой или более низкой, чем температура кипения алкана флегмы. В нижней части перегонной колонны жидкая фаза представляет собой холодный альдегид, который растворяет легко растворимые ненасыщенные компоненты, как в абсорбере. При температуре нижней части колонны растворимость олефина в жидкой фазе высокая. Этот жидкий поток, содержащий ненасыщенные компоненты, выводят из нижней части колонны и рециркулируют в реактор при помощи насоса при значительно более высоком давлении.

Примеры других способов, направленных на отделение альдегида, описаны в US 4479012, US 5087763, US 5001274, US 5463137, US 6822122, US 6969777 и US 5675041.

Также были предложены различные шаги в отношении отделения олефина от соответствующего альдегида. Например, как описано в US 4210426, используется схема, состоящая из трех колонн, из которых первая колонна представляет собой скруббер масляного альдегида, во второй колонне масляный альдегид отделяют от пропилена и пропана, третья колонна представляет собой разделитель смеси пропилен/пропан. Отходящие газы реактора гидроформилирования подают в центр первой колонны, изомасляный альдегид, не содержащий пропилен/пропан, подают в верхнюю часть колонны. Пропилен и пропан абсорбируются изомасляным альдегидом, неабсорбированные газы отводят из верха колонны и рециркулируют в реактор гидроформилирования или удаляют из системы. Смесь изомасляного альдегида, пропилен и пропан направляют во вторую колонну, в которой пропилен и пропан отделяют от изомасляного альдегида, который возвращают в первую колонну. Пропилен и пропан подают в третью колонну, где их разделяют путем перегонки.

Хотя в этих разнообразных способах предложены потенциально приемлемые схемы извлечения целевого продукта - альдегида, каждому из них все же свойственны некоторые недостатки.

Например, для разделения масляного альдегида и пропилен, в перегонной колонне для эффективного разделения требуется большая разность температур между потоком, отбираемым из нижней части реактора, и потоком, выводимым из верхней части. Однако использование большой разности температур означает, что для достижения такой разности и, следовательно, эффективного разделения либо температура в нижней части перегонной колонны должна быть очень высокой, либо температура в верхней части должна быть очень низкой. Однако использование высокой температуры в нижней части проблематично, поскольку ведет к образованию тяжелых соединений и, таким образом, к потере целевого продукта. Кроме того, использование низкой температуры в верхней части проблематично из-за того, что, как правило, температура должна быть настолько низкой, что для конденсации головного потока нельзя использовать охлаждающую воду, и нужна холодильная установка, использование которой удорожает процесс.

Другая проблема, возникающая при разделении масляного альдегида и пропилен, связана с присутствием пропана в исходном материале. Будучи отделенным от масляного альдегида, пропилен, как правило, подлежит рециркуляции в реактор, в котором получают альдегид. Поскольку рециркулируемый поток пропилен содержит пропан, пропан будет возвращен в реактор вместе с пропиленом, если не предусмотрено средства его удаления. Таким образом, пропан будет накапливаться в реакторе. По мере накопления пропан будет ограничивать эффективность реактора. Следовательно, также желательно отделять от пропилен пропан, чтобы пропан не возвращался в реактор.

Аналогичные проблемы отмечаются в связи с отделением валерианового альдегида от бутилена, который может содержать некоторое количество бутана, и отделением пропионового альдегида от этилена, который может содержать этан, и, в сущности, с отделением любого альдегида, полученного путем гидроформилирования, от олефина, используемого при его производстве, и соответствующего алкана. Кроме этого, аналогичные проблемы отмечаются при отделении альдегидов, например от ненасыщенных альдегидов.

Таким образом, желательно иметь способ, позволяющий решить, по меньшей мере, некоторые, предпочтительно все указанные проблемы.

Было обнаружено, что, по меньшей мере, некоторые из этих проблем могут быть решены при помощи способа разделения, в котором используются два разделительных резервуара, при этом один резервуар работает при низком давлении, другой - при высоком давлении, и резервуары соединены так, что между ними имеется контур рециркуляции.

Таким образом, в соответствии с первым аспектом настоящего изобретения им обеспечивается способ отделения альдегида и второго компонента от исходного потока, содержащего альдегид и второй

компонент, при этом указанный способ включает стадии, на которых

a) исходный поток подают в один или оба резервуара: первый разделительный резервуар, работающий при первом давлении, и второй разделительный резервуар, работающий при втором давлении, при этом указанное второе давление больше указанного первого давления;

b) осуществляют работу указанного первого разделительного резервуара и указанного второго разделительного резервуара так, что в них происходит разделение;

c) отводят поток продукта - альдегида - из нижней части или вблизи нижней части первого разделительного резервуара, при этом указанный поток продукта - альдегида - характеризуется большей концентрацией альдегида, чем в исходном потоке;

d) отводят поток второго компонента из верхней части или вблизи верхней части второго разделительного резервуара, при этом указанный поток второго компонента характеризуется большей концентрацией второго компонента, чем в исходном потоке;

e) отводят первый рециркулируемый поток из верхней части или вблизи верхней части первого разделительного резервуара и подают его во второй разделительный резервуар; и

f) отводят второй рециркулируемый поток из нижней части или вблизи нижней части второго разделительного резервуара и подают его в первый разделительный резервуар.

Следует понимать, что первый и второй разделительные резервуары соединены так, что поток, отводимый из нижней или вблизи нижней части второго разделительного резервуара, направляется в первый разделительный резервуар, и поток, отводимый из верхней или вблизи верхней части первого разделительного резервуара, направляется во второй разделительный резервуар. Таким образом, между первым и вторым разделительными резервуарами имеется контур рециркуляции.

Также следует понимать, что два разделительных резервуара функционируют так, что более тяжелый компонент исходного потока, подаваемого в первый разделительный резервуар, получают из нижней или вблизи нижней части первого разделительного резервуара с низким давлением. Головной поток первого разделительного резервуара содержит смесь тяжелого и легкого компонентов. Их подают во второй разделительный резервуар, который работает при более высоком давлении, чем первый. Во втором разделительном резервуаре более легкий компонент исходного потока отделяется как головной погон второй колонны, а смесь тяжелого и легкого компонентов отводят из нижней части и возвращают в первый разделительный резервуар с низким давлением. Таким образом, каждый разделительный резервуар обеспечивает получение одного потока очищенного компонента и потока, содержащего смесь компонентов, поэтому может быть использована уменьшенная разность температур. В этой связи следует понимать, что полное разделение в одном резервуаре потребовало бы большей разности температур.

Наличие двух резервуаров, работающих при разных давлениях, позволяет сохранять температуру внизу разделительного резервуара, работающего при первом, более низком давлении, относительно низкой, благодаря чему снижается, а предпочтительно исключается образование тяжелых побочных продуктов. Кроме того, наличие второго разделительного резервуара, работающего при более высоком давлении, чем давление в первом разделительном резервуаре, позволяет использовать надлежащую температуру, при которой поток, отводимый из верхней или вблизи верхней части этого разделительного резервуара, может быть сконденсирован с использованием охлаждающей воды, а не дорогостоящего холодильного оборудования.

Таким образом, настоящее изобретение позволяет использовать меньшую разность температур между потоком первого компонента и потоком второго компонента, чем достигаемая при наличии одного разделительного резервуара, такого как перегонная колонна. В этой связи следует понимать, что в обычной одиночной разделительной колонне при использовании охлаждающей воды поток, отводимый из нижней части, имел бы более высокую температуру при той же степени разделения.

Способ настоящего изобретения пригоден для отделения любого альдегида от потока, содержащего альдегид и другие компоненты. Он особенно уместен при наличии ограничений рабочего диапазона температур при разделении чувствительных к нагреванию компонентов.

В одном из вариантов второй компонент представляет собой олефин, который может являться олефином, из которого образовался альдегид. Исходный поток, содержащий альдегид, может представлять собой поток, получаемый в результате реакции гидроформилирования, и, следовательно, содержать олефин, из которого в реакторе образуется альдегид. Олефин может представлять собой олефин C_2-C_{20} , альдегид будет включать на один атом углерода больше, чем олефин. В одном из вариантов альдегид представляет собой масляный альдегид, который отделяют в соответствии с настоящим изобретением от пропилена, необязательно, с пропаном. В альтернативном варианте альдегид представляет собой валериановый альдегид, который отделяют в соответствии с настоящим изобретением от бутилена, необязательно, с бутаном. В другом альтернативном варианте альдегид представляет собой пропионовый альдегид, который отделяют в соответствии с настоящим изобретением от этилена, необязательно, с этаном.

В еще одном варианте альдегид может быть отделен от ненасыщенного альдегида. Ненасыщенный альдегид может представлять собой ненасыщенный альдегид C_3-C_{20} . Так, например, масляный альдегид может быть отделен от этилпропилакролеина, который является обычным промежуточным продуктом производства 2-этилгексанола и образуется при альдолизации n-масляного альдегида. Точно так же ва-

лериановый альдегид может быть отделен от пропилбутилакролеина, который представляет собой обычный промежуточный продукт производства 2-пропилпентанола и образуется при альдолизации валерианового альдегида.

Способ настоящего изобретения также может быть использован для отделения 2-метилмасляного альдегида, 3-метилмасляного альдегида или 2-метилмасляного альдегида и 3-метилмасляного альдегида от пропилбутилакролеина.

Однако следует понимать, что способ настоящего изобретения не ограничивается соединениями, приведенными выше, и пригоден для отделения любого альдегида от какой-либо смеси.

С использованием способа настоящего изобретения могут быть отделены один или несколько альдегидов.

Исходный поток может быть подан в первый разделительный резервуар или во второй разделительный резервуар. В одном из вариантов исходный поток может быть подан в оба разделительных резервуара. Может предусматриваться наличие средства, обеспечивающего возможность выбора, подается ли смесь в первый разделительный резервуар, второй разделительный резервуар или оба разделительных резервуара, с возможностью переключения варианта подачи исходного потока.

В одном из альтернативных вариантов исходный поток может быть введен между первым и вторым разделительными резервуарами. Это может служить альтернативой или дополнением к подаче исходного потока непосредственно в один или оба - первый и второй - разделительных резервуара.

Может быть использован любой надлежащий разделительный резервуар. Первый и второй разделительные резервуары могут быть одинаковыми или разными. Например, один или оба резервуара могут являться испарительными резервуарами с соответствующими конденсаторами. Особенными преимуществами обладает вариант, в котором один или оба разделительных резервуара являются разделительными колоннами.

Способ настоящего изобретения может включать использование более двух разделительных резервуаров с целью облегчения отделения альдегида. Такие варианты входят в объем настоящего изобретения при условии, что имеется первый разделительный резервуар с первым рабочим давлением и второй разделительный резервуар со вторым рабочим давлением, которое выше первого рабочего давления, и что между разделительными резервуарами имеется контур рециркуляции.

В первом и втором разделительных резервуарах может быть использовано любое надлежащее давление при условии, что давление во втором разделительном резервуаре выше, чем в первом разделительном резервуаре. Конкретное выбираемое давление, вообще, зависит от температурных требований осуществляемого разделения. Кроме того, давление, вообще, может быть обусловлено обеспечением заданного профиля температуры в первом и втором разделительных резервуарах.

В одном из вариантов второе давление выше первого давления, примерно, на от 0,1 до 48 бар абс. или от примерно 5 до примерно 45 бар абс.

Давление во втором разделительном резервуаре, вообще, ниже критического давления смеси, находящейся в нем.

В одном из вариантов давление в первом разделительном резервуаре может соответствовать разрежению порядка, примерно, 1 мбар абс, хотя может быть использовано давление от, примерно, 10 до, примерно, 50 мбар абс.

Если способ предназначен для отделения масляного альдегида от пропилена и, необязательно, пропана, первый разделительный резервуар может работать при давлении от примерно 0,05 до примерно 10 бар абс., или при давлении от примерно 1 до примерно 5 бар абс., или при давлении от примерно 2 до примерно 3 бар абс. В одном из вариантов первый разделительный резервуар может работать при давлении около 2,8 бар абс.

Второй разделительный резервуар может работать при давлении от примерно 0,1 до примерно 30 бар абс. или при давлении от примерно 15 до примерно 25 бар абс. при условии, что выбранное давление выше давления в первом разделительном резервуаре. Когда отделяемый альдегид представляет собой масляный альдегид, второй разделительный резервуар может работать при давлении около 18 бар абс.

Первый рециркулируемый поток в системах, где точка росы потока, отводимого из верхней или вблизи верхней части первого разделительного резервуара, работающего при более низком давлении, ниже температуры охлаждающей воды, как правило, является газофазным. В этой связи следует отметить, что в большинстве систем олефин/альдегид исходная смесь содержит неконденсирующиеся соединения, такие как соединения, выбранные из группы, состоящей из водорода, азота и метана. Эти неконденсирующиеся соединения в первом разделительном резервуаре поднимаются вверх, благодаря чему точка росы лежит намного ниже температуры охлаждающей воды.

Первый рециркулируемый поток, как правило, пропускают через один или несколько компрессоров, после чего подают во второй разделительный резервуар. Этот или каждый из этих компрессоров может быть соединен с промежуточным охладителем.

В одном из альтернативных вариантов первый рециркулируемый поток, отводимый из верхней части первого разделительного резервуара, является жидким. В этом варианте компрессор, как правило, заменяют на насос.

В одном из идеальных вариантов осуществления настоящего изобретения первый и второй разделительные резервуары эксплуатируют так, что температуры в обоих разделительных резервуарах примерно равны, и так, что температуры головного потока обоих разделительных резервуаров примерно равны. Эта температура, как правило, немного выше температуры охлаждающей воды.

Нижняя часть первого разделительного резервуара может эксплуатироваться при любой надлежащей температуре. В одном из вариантов может быть использована температура от примерно 50 до примерно 200°C, или от примерно 60 до примерно 150°C, или от примерно 80 до примерно 130°C. Особыми преимуществами обладает вариант, в котором нижняя часть первого разделительного резервуара эксплуатируется при температуре от примерно 90 до примерно 110°C.

Нижняя часть второго разделительного резервуара может эксплуатироваться при любой надлежащей температуре. В одном из вариантов может быть использована температура от примерно 50 до примерно 200°C, или от примерно 60 до примерно 150°C, или от примерно 80 до примерно 130°C. Особыми преимуществами обладает вариант, в котором нижняя часть второго разделительного резервуара эксплуатируется при температуре от примерно 90 до примерно 110°C.

Второй разделительный резервуар, как правило, эксплуатируется при таких температуре и давлении, что поток второго компонента, отводимый из верхней или вблизи верхней части второго разделительного резервуара, может быть сконденсирован с использованием охлаждающей воды, и что нет необходимости в дорогостоящем машинном охлаждении. Кроме того, первый разделительный резервуар может эксплуатироваться при температуре потока, отводимого из верхней или вблизи верхней части резервуара, немного превышающей температуру охлаждающей воды.

Давление может быть выбрано так, чтобы температура потока, отводимого из нижней части второго разделительного резервуара, не более чем примерно на 20°C отличалась от температуры нижней части первого разделительного резервуара. В одном из вариантов температура потока, отводимого из нижней части второго разделительного резервуара, не более чем примерно на 10°C отличается от температуры нижней части первого разделительного резервуара.

Если поток, отводимый из разделительных резервуаров, является парообразным, с одним или обоими разделительными резервуарами надлежащим образом может быть соединен конденсатор. Если этот поток является жидким, конденсатор не нужен. Однако этот поток все-таки может нуждаться в охлаждении.

Если конденсатор соединен с первым разделительным резервуаром, точка росы потока, отводимого из верхней или вблизи верхней части первого разделительного резервуара, предпочтительно выше температуры соединенного с ним конденсатора. Конденсат из этого конденсатора может быть возвращен в первый разделительный резервуар.

Если конденсатор соединен со вторым разделительным резервуаром, точка росы потока, отводимого из верхней или вблизи верхней части второго разделительного резервуара, предпочтительно выше температуры соединенного с ним конденсатора. Конденсат из этого конденсатора может быть возвращен во второй разделительный резервуар.

В одном из вариантов первый рециркулируемый поток, второй рециркулируемый поток или первый и второй рециркулируемые потоки могут быть пропущены через дополнительное средство разделения. Может быть использовано любое надлежащее дополнительное средство разделения. В одном из вариантов дополнительное средство разделения может представлять собой устройство разделения газовой и жидкой фаз.

В одном из вариантов может присутствовать разделитель смеси олефин/алкан. В одном из вариантов разделитель смеси олефин/алкан может находиться между первым и вторым разделительными резервуарами. В этом варианте поток, отводимый из верхней или вблизи верхней части первого разделительного резервуара, может быть пропущен через разделитель смеси олефин/алкан так, что олефин и алкан могут быть разделены на верхний поток, обогащенный по меньшей мере одним компонентом, и нижний поток, обедненный по меньшей мере одним компонентом. В одном из вариантов поток, содержащий алкан, также будет содержать альдегид, следовательно, именно этот поток направляют в другой разделительный резервуар.

Дополнительно или в качестве альтернативы, разделитель смеси олефин/алкан может находиться вне контура рециркуляции, образуемого первым и вторым разделительными резервуарами. При такой конфигурации, как правило, в разделитель смеси олефин/алкан направляют головной погон второго разделительного резервуара с большим давлением. Обогащенный олефином поток, как правило, отводят из верхней части разделителя. Обогащенный алканом поток содержит алкан.

Способ настоящего изобретения также может быть использован в таких процессах, где в подлежащей разделению смеси присутствует вода. Если в потоке есть вода, он может быть пропущен через средство удаления воды. Может быть использовано любое подходящее средство удаления воды. Пригодным средством удаления воды является декантатор. В таком варианте одна или обе фазы могут быть использованы в качестве флегмы.

В соответствии со вторым аспектом настоящего изобретения им обеспечивается способ осуществления гидроформилирования олефина, в котором один или несколько отходящих потоков реактора гид-

роформирования образуют исходный поток для описанного выше первого аспекта настоящего изобретения.

В одном из вариантов поток обрабатывают в скруббере альдегида потоком, по существу, не содержащим олефин. Перед подачей в скруббер альдегида поток может быть охлажден.

Далее изобретение описано на примере со ссылкой на прилагаемые фигуры, на которых

фиг. 1 представляет собой схему способа настоящего изобретения;

фиг. 2 представляет собой более подробную схему способа, показанного на фиг. 1;

фиг. 3 представляет собой вариант, альтернативный варианту способа, показанному на фиг. 2;

фиг. 4 представляет собой схему варианта способа настоящего изобретения, предназначенного для извлечения альдегида из потока реакции гидроформилирования;

фиг. 5 представляет собой схему второго варианта способа настоящего изобретения, предназначенного для извлечения альдегида из потока реакции гидроформилирования; и

фиг. 6 представляет собой схему варианта, альтернативного способу фиг. 4.

Специалистам в данной области понятно, что эти чертежи являются схематическими, и что на промышленной установке могут потребоваться дополнительные единицы оборудования, такие как сборники флегмы, насосы, вакуумные насосы, датчики температуры, датчики давления, клапаны сброса давления, регулировочные клапаны, регуляторы расхода, регуляторы уровня, накопительные резервуары, резервуары-хранилища и т.п. Обеспечение таких дополнительных единиц оборудования не является частью настоящего изобретения и соответствует обычной практике химической технологии.

Далее способ настоящего изобретения описан на примере отделения масляного альдегида и пропилена от потока реакции гидроформилирования. Следует понимать, что изобретение равным образом применимо к отделению других альдегидов от олефина, из которого они получены по реакции гидроформилирования.

Схема, иллюстрирующая общую концепцию способа настоящего изобретения, представлена на фиг. 1. В соответствии со способом настоящего изобретения, требуется первый и второй разделительные резервуары. В показанных примерах они представляют собой колонну 1 низкого давления и колонну 2 высокого давления. Каждая колонна может быть снабжена конденсатором, ребойлером или и конденсатором, и ребойлером, не показанными на фиг. 1.

Исходный поток, который содержит и тяжелый компонент, в данном примере масляный альдегид, и более легкие компоненты, в данном примере пропилен и, необязательно, некоторое количество алкана - пропана, подают по линиям 3a, 3b или 3c. Таким образом, исходный поток может быть подан либо в колонну 1 низкого давления, либо в колонну 2 высокого давления. Отделение происходит в обеих колоннах. В некоторых вариантах исходный поток может быть подан по нескольким линиям из 3a, 3b и 3c. Следует понимать, что более одного исходного потока может быть подано в более чем одной точке одной или каждой из колонн и/или между колоннами. Таким образом, одна или несколько из линий 3a, 3b и 3c могут представлять собой одну или несколько линий подачи исходного потока.

Тяжелый масляный альдегид отводят из нижней части колонны 1 низкого давления по линии 4. Поток, отводимый из верхней части колонны 1 низкого давления по линии 5, направляют по линии 6 в колонну 2 высокого давления. Обычно этот поток пропускают через насос или компрессор 7. Этот поток, который содержит смесь тяжелого и легкого компонентов, направляют по линии 6 в колонну 2 высокого давления.

Дополнительное разделение происходит в колонне 2 высокого давления, легкий компонент отводят из верхней части колонны 2 высокого давления по линии 8. Поток, отводимый из нижней части колонны 2 высокого давления по линии 9, направляют по линии 10 в колонну 1 низкого давления. Этот поток содержит смесь тяжелого и легкого компонентов.

Если нужно, поток, отводимый из нижней части колонны 2 высокого давления, необязательно, может быть пропущен через охладитель 11. В некоторых обстоятельствах, когда имеется охладитель 11, компрессор 7 может быть заменен на насос (не показан).

Предпочтительно температура головного погона колонны 1 низкого давления и колонны 2 высокого давления приблизительно одинакова и немного превышает температуру охлаждающей воды. Точно так же температура нижней части обеих колонн приблизительно одинакова.

Один более подробный вариант осуществления изобретения показан на фиг. 2. Как и в варианте фиг. 1, исходный поток может быть подан по одной или нескольким из линий 3a, 3b или 3c и, таким образом, может поступать в одну или в обе колонны: колонну 1 низкого давления и колонну 2 высокого давления. Разделение происходит в обеих колоннах.

Тяжелый масляный альдегид отводят из нижней части колонны 1 низкого давления по линии 4. Часть этого потока может быть отделена в линию 41 и пропущена через ребойлер 42, после чего возвращается по линии 43 в колонну 1 низкого давления.

Поток 5, отводимый из верхней части колонны 1 низкого давления, в данном варианте пропускают через конденсатор 51, после чего по линии 52 направляют в разделитель 53 паровой и жидкой фаз. Жидкость возвращают по линии 54 в колонну 1 низкого давления. Пар из разделителя 53 направляют по линии 55 в компрессор 7. Если исходный поток подают по линии 3c, он может быть введен непосредствен-

но в компрессор 7, как показано на чертеже, или может быть подан в линию 55. Поток из компрессора 7, который содержит смесь тяжелого и легкого компонентов, направляют в колонну 2 высокого давления.

В колонне 2 высокого давления происходит дополнительное разделение, легкий компонент отводят из верхней части колонны 2 высокого давления по линии 8 и, в данном варианте, пропускают через конденсатор 81, после чего по линии 82 направляют в разделитель 83 паровой и жидкой фаз. Жидкость возвращают по линии 84 в колонну 2 высокого давления. Пар из разделителя отводят по линии 85.

Поток, отводимый из нижней части колонны 2 высокого давления по линии 9, направляют по линии 10 в колонну 1 низкого давления. Этот поток содержит смесь тяжелого и легкого компонентов. Часть потока 9 может быть отделена в линию 91 и пропущена через ребойлер 92, после чего возвращена по линии 93 в колонну 2 высокого давления.

Если нужно, поток, отводимый из нижней части колонны 2 высокого давления, необязательно, может быть пропущен через охладитель 11. Как и в варианте, показанном на фиг. 1, температура головного погона колонны 1 низкого давления и колонны 2 высокого давления примерно одинакова и превышает температуру охлаждающей воды. Точно так же температура нижней части обеих колонн примерно одинакова.

На фиг. 3 показан модифицированный вариант. В этом варианте исходный поток может быть подан по одной или нескольким линиям из 3а, 3б и 3с и, таким образом, подан в одну или обе колонны: колонну 1 низкого давления и колонну 2 высокого давления. Разделение происходит в обеих колоннах.

Тяжелый масляный альдегид отводят из нижней части колонны 1 низкого давления по линии 4. Часть этого потока может быть отделена в линию 41 и пропущена через ребойлер 42, после чего возвращена по линии 43 в колонну 1 низкого давления.

Поток, отводимый из верхней части колонны 1 низкого давления по линии 5, пропускают через конденсатор 51, после чего часть возвращают по линии 54 в колонну 1 низкого давления. Оставшуюся часть направляют в колонну 2 высокого давления. Отделение и подачу в колонны 1 и 2 низкого и высокого давления осуществляют при помощи насоса (не показан).

В колонне 2 высокого давления происходит дополнительное разделение, легкий компонент отводят из верхней части колонны 2 высокого давления по линии 8. Отведенный поток пропускают через конденсатор 81, после чего часть возвращают по линии 84 в колонну 2 высокого давления. Оставшуюся часть отводят по линии 85.

Поток, отводимый из нижней части колонны 2 высокого давления по линии 9, направляют по линии 10 в колонну 1 низкого давления. Этот поток содержит смесь тяжелого и легкого компонентов. Часть потока 9 может быть отделена в линию 91 и пропущена через ребойлер 92, после чего возвращена по линии 93 в колонну 2 высокого давления.

На фиг. 4 показан способ обработки потока 141, выводимого из реактора гидроформилирования (не показан). В этом варианте отходящие потоки из разных частей установки гидроформилирования соединяют, сжимают и охлаждают в теплообменнике 142, после чего по линии 143 подают в скруббер 144 масляного альдегида. В одном из вариантов отходящий поток сжимают примерно до 17,5 бар абс. В этом варианте отходящий поток 143, который подают в скруббер 144 масляного альдегида, обрабатывают потоком масляного альдегида, который подают по линии 150. Поток, подаваемый по линии 151, по существу, не содержит пропилен и пропан, поскольку он представляет собой по меньшей мере часть потока продукта – альдегида, выводимого из процесса в первом аспекте настоящего изобретения, который прошел через теплообменники 147 и 149.

В скруббере 144 неконденсирующиеся соединения отделяют от потока, содержащего альдегид, пропилен и пропан. Головной погон скруббера масляного альдегида может быть пропущен через отдельный конденсатор, или конденсатор может быть встроен в скруббер. Конденсатор служит для охлаждения головного погона с целью сведения к минимуму потерь масляного альдегида с потоком неконденсирующихся соединений.

В скруббере пропилен, какое-либо количество пропана и масляный альдегид растворяются в масляном альдегиде, служащем промывным растворителем, тогда как большая часть неконденсирующихся соединений проходит через скруббер 144 и выходит как головной отходящий поток 145.

Поток 146, отводимый из скруббера 144, представляющий собой поток масляного альдегида, обогащенный пропиленом и, необязательно, также пропаном, нагревают в теплообменнике 147 потоком масляного альдегида, подаваемым по линии 151.

Поток 146, обработанный в теплообменнике 147, по линии 3а направляют в колонну 1 низкого давления настоящего изобретения, где его обрабатывают, как описано выше применительно к фиг. 2. В одном из вариантов колонна 1 низкого давления функционирует при давлении 2,8 бар абс. В этом варианте колонна 1 низкого давления функционирует при температуре около 108°C.

Поток, отводимый из нижней части колонны 1 низкого давления по линии 4, содержит масляный альдегид.

Как описано выше, некоторое количество масляного альдегида возвращают по линии 151 в скруббер 144. Оставшийся масляный альдегид, отводимый по линии 152, либо выводят как продукт, либо возвращают при помощи насоса 153 в реакцию гидроформилирования так, что в системе поддерживается

постоянный материальный баланс по масляному альдегиду.

Головной поток 5 колонны 1 низкого давления может содержать около 10 мол.% масляного альдегида, что определяет точку росы, равную примерно 42°C. Этот поток пропускают через компрессор 7 и по линии 6 подают в колонну 2 высокого давления.

Колонна 2 высокого давления функционирует при давлении около 18 бар абс, так что точка росы головного потока 8 колонны 2 высокого давления превышает 42°C. В данном варианте этот поток содержит, главным образом, пропилен и пропан. Он также содержит небольшую фракцию неконденсирующихся соединений, которая может составлять до примерно 7 мол.%. Головной поток 8, по существу, не содержит масляный альдегид. Поток, отводимый из нижней части колонны 2 высокого давления по линии 9, содержит, главным образом, масляный альдегид, но также, вообще, содержит, примерно, 25% пропилена и пропана для поддержания температуры, равной примерно 110°C. Его возвращают в колонну 1 низкого давления.

Головной поток 8 колонны 2 высокого давления в данном варианте направляют в разделитель 154 смеси олефин/алкан. В этом разделителе разделяют пропилен и пропан. Пропилен и какое-либо оставшееся количество неконденсирующихся соединений выводят по линии 155 и, вообще, возвращают в реактор гидроформилирования. Пропан выводят по линии 157. Разделитель 154 смеси олефин/алкан может быть оборудован ребойлером 156.

Фиг. 5 подобна фиг. 4 в отношении обработки исходного потока. В этом случае исходный поток подают в колонну 2 высокого давления по линии 3b.

В одном из альтернативных вариантов разделитель 154 смеси олефин/алкан может располагаться в контуре рециркуляции между колонной 1 низкого давления и колонной 2 высокого давления. Один из примеров такого варианта показан на фиг. 6. Следует понимать, что эта схема является модификацией схемы, показанной на фиг. 4.

Так, в варианте, показанном на фиг. 6, головной поток 5 колонны 1 низкого давления пропускают через компрессор 7, после чего по линии 6 подают в разделитель 154 смеси олефин/алкан. Пропилен отводят по линии 155. Пропан и какое-либо количество масляного альдегида направляют по линии 157 на разделение в колонну 2 высокого давления. Пропан выводят сверху по линии 8, масляный альдегид по линии 9 возвращают в колонну 1 низкого давления.

Может быть осуществлен аналогичный способ, не показанный на фигурах, в котором разделитель 154 смеси олефин/алкан расположен между колонной 2 высокого давления и колонной 1 низкого давления. В этом случае поток из скруббера направляют в колонну 2 высокого давления, как показано на фиг. 2.

Хотя данные способы описаны в связи с отделением масляного альдегида от пропилена и пропана, следует понимать, что они применимы к другим вариантам разделения. При осуществлении других вариантов разделения приведенные выше условия могут быть изменены.

Кроме того, способ настоящего изобретения может быть использован для разделения масляного альдегида и диалкилакролеина, такого как этилпропилакролеин.

Этилпропилакролеин является обычным промежуточным продуктом производства 2-этилгексанола и образуется при альдолизации n-масляного альдегида. В ходе этой реакции на один моль акролеина образуется один моль воды, таким образом, вода обычно присутствует в потоке, направляемом на разделение. И масляный альдегид, и этилпропилакролеин чувствительны к высокой температуре, при которой могут образовываться нежелательные тяжелые соединения. Следовательно, для подавления образования тяжелых соединений желательно поддерживать низкую температуру, при этом также желательно иметь возможность охлаждения головного потока охлаждающей водой с температурой, обычно, от примерно 30 до примерно 40°C.

Далее настоящее изобретение описано на примерах.

Сравнительный пример 1. Отделение масляного альдегида от пропилена и пропана.

Смесь 39 вес.% масляного альдегида, 30 вес.% пропилена, 27 вес.% пропана плюс неконденсирующиеся соединения подавали в разделительную колонну. Давление в верхней части колонны установили равным 8 бар абс. В колонне образовывался парообразный верхний продукт, содержащий 1 вес.% масляного альдегида, 92 вес.% пропилена и пропана, остальное неконденсирующиеся соединения при 15,4°C, и жидкий кубовый продукт, содержащий 1 вес.% пропилена и пропана, остальное масляный альдегид при 144°C. Для этой колонны требовалась охлаждающая среда с более низкой температурой, чем достижимая при использовании охлаждающей воды, поэтому использовали холодильную установку. При более высокой температуре низа колонны вероятно образование из альдегида большого количества более тяжелых соединений.

Пример 1. Отделение масляного альдегида от пропилена и пропана.

Смесь 85 вес.% масляного альдегида, 7 вес.% пропилена и 6 вес.% пропана, остальное - неконденсирующиеся соединения, такие как метан, азот, СО и Н₂, подавали в первую разделительную колонну низкого давления, показанную на фиг. 1, работающую при давлении 2,8 бар абс. Кубовый продукт представлял собой жидкий 99,9 вес.% масляный альдегид с температурой 108°C, тогда как верхний продукт представлял собой пар, содержащий 18% масляного альдегида, 40 вес.% пропилена, 37 вес.% пропана,

остальное - неконденсирующиеся соединения. Температура этого потока составляла около 42°C. Парообразный продукт сжимали до 18,2 бар абс. и охлаждали до 56°C, достигая частичной конденсации потока. Затем сжатый и охлажденный поток подавали в колонну высокого давления, работающую при 18 бар абс. Верхний продукт колонны высокого давления представлял собой пар, содержащий 48 вес.% пропилена, 45 вес.% пропана и ~100 вес.ч. на млн масляного альдегида, остальное - неконденсирующиеся соединения. Температура пара составляла около 42°C. Кубовый продукт содержал 82,5 вес.% масляного альдегида, 17,5 вес.% пропилена и пропана и практически не содержал неконденсирующиеся соединения. Температура потока кубового продукта составляла около 110°C. Жидкий кубовый продукт возвращали в колонну низкого давления для завершения цикла рециркуляции.

Пример 2. Отделение масляного альдегида от пропилена и пропана.

Смесь 39 вес.% масляного альдегида, 30 вес.% пропилена, 27 вес.% пропана и неконденсирующихся соединений подавали в колонну высокого давления, показанную на фиг. 2. Эта колонна функционировала при давлении 18 бар абс. В результате разделения получали верхний продукт, представляющий собой пар, содержащий 48 вес.% пропилена, 45 вес.% пропана и около 100 вес.ч. на млн масляного альдегида, остальное - неконденсирующиеся соединения. Температура этого потока составляла около 42°C. Кубовый продукт колонны высокого давления содержал 82,5 вес.% масляного альдегида, 17,5 вес.% пропилена и пропана и практически не содержал неконденсирующиеся соединения. Температура этого потока составляла около 110°C. Жидкий кубовый продукт подавали в колонну низкого давления, работающую при 2,8 бар абс. Кубовый продукт колонны низкого давления представлял собой жидкость с температурой около 108°C, содержащую 99,5 вес.% масляного альдегида, тогда как верхний продукт представлял собой пар с температурой около 42°C, содержащий 18 вес.% масляного альдегида, 46 вес.% пропилена, 36 вес.% пропана, остальное - неконденсирующиеся соединения. Парообразный продукт сжимали до 18,2 бар абс. и охлаждали до 56°C, достигая частичной конденсации потока. Затем сжатый и охлажденный поток возвращали в колонну высокого давления для завершения цикла рециркуляции.

Пример 3. Отделение валерианового альдегида от бутена и бутана.

Смесь 63,5 вес.% валерианового альдегида, 36,5 вес.% бутенов и бутанов и менее 0,1 вес.% неконденсирующихся соединений подавали в колонну низкого давления, работающую при 1,5 бар абс. В результате разделения получали кубовый продукт, представляющий собой жидкость, содержащую 99,1 вес.% валерианового альдегида с температурой 113°C, тогда как верхний продукт представлял собой пар с температурой 45°C, содержащий 9,2% валерианового альдегида, 90,8 вес.% бутенов и бутанов и неконденсирующиеся соединения. Парообразный продукт сжимали до 5,7 бар абс. и охлаждали до 47°C, достигая частичной конденсации потока. Затем сжатый и охлажденный поток подавали в колонну высокого давления, работающую при 5,5 бар абс, где происходило дальнейшее разделение. Верхний продукт этой колонны представлял собой жидкость с температурой 45°C, содержащую, главным образом, бутены и бутаны и около ~3000 вес.ч. на млн валерианового альдегида и растворенные неконденсирующиеся соединения. Поток кубового продукта имел температуру 110°C и содержал 86,5 вес.% валерианового альдегида, 13,5 вес.% бутенов и бутанов и практически не содержал неконденсирующиеся соединения. Жидкий кубовый продукт возвращали в колонну низкого давления для завершения цикла рециркуляции.

Пример 4. Отделение валерианового альдегида от бутена и бутана.

Ту же смесь, что и в примере 3, подавали в разделительную колонну низкого давления, работающую при том же давлении, что и в примере 3, и в результате разделения получали поток кубового продукта, содержащий 99,1 вес.% валерианового альдегида, остальное - бутан и бутен. Поток верхнего продукта содержал 9,1 вес.% валерианового альдегида, 90,8 вес.% бутана и бутена, остальное - неконденсирующиеся соединения. Температура этого потока составляла 45°C. Парообразный поток соединяли с дополнительным парообразным потоком, содержащим 3,3 вес.% валерианового альдегида, 95,9 вес.% бутана и бутена и неконденсирующиеся соединения. Объединенный поток сжимали до 5,7 бар абс. и охлаждали до 42°C, достигая частичной конденсации этого потока. Сжатый и охлажденный поток затем подавали в колонну высокого давления, работающую при 5,5 бар абс. В результате происходящего в колонне высокого давления разделения получали жидкий верхний продукт и парообразный верхний продукт. Парообразный верхний продукт содержал около 50 вес.ч на млн валерианового альдегида, 96,4 вес.% бутана и бутена и неконденсирующиеся соединения. Его температура составляла около 42°C. Жидкий верхний продукт содержал менее 0,2 вес.% валерианового альдегида, 99,8 вес.% бутена и бутана и растворенные неконденсирующиеся соединения. Жидкий кубовый продукт содержал 8,6 вес.% валерианового альдегида, 13 вес.% бутана и бутена и некоторое количество неконденсирующихся соединений при температуре 110°C. Жидкий кубовый продукт разделительной колонны высокого давления возвращали в колонну низкого давления для завершения цикла рециркуляции.

Пример 5. Отделение масляного альдегида от этилпропилакролеина.

В результате альдолиза н-масляного альдегида на один моль акролеина образуется один моль воды. Поэтому вода, как правило, присутствует в процессе отделения масляного альдегида от этилпропилакролеина. Дополнительной проблемой в этом случае разделения является то, что при повышенной температуре из масляного альдегида и этилпропилакролеина с высокой вероятностью образуются нежелательные тяжелые соединения.

В данном примере смесь 90 вес.% масляного альдегида, 8,75 вес.% этилпропилакролеина и 1,25 вес.% воды подавали в колонну высокого давления, работающую при 0,4 бар абс. В этой колонне в качестве головного погона образовывался поток масляного альдегида и воды. Этот поток, по существу, не содержащий этилпропилакролеин, конденсировали примерно при 47°C. Кубовый поток, содержащий 80,3 вес.% этилпропилакролеина, 19,7 вес.% масляного альдегида и 0,02 вес.% воды, отводили из нижней части колонны высокого давления. Этот поток повторно кипятили при 109°C. Этот обогащенный этилпропилакролеином поток затем охлаждали до 44°C и подавали в колонну низкого давления, работающую при 0,14 бар абс. Этот поток вводили вблизи верхней части колонны низкого давления. В нижней части колонны образовывался, по существу, чистый этилпропилакролеин с температурой 110°C. Головной погон колонны низкого давления содержал около 72,5 вес.% этилпропилакролеина, 27,5 вес.% масляного альдегида и 0,03 вес.% воды. Его конденсировали. Часть этого потока в качестве флегмы возвращали в колонну низкого давления, другую часть подавали насосом в колонну высокого давления для завершения цикла рециркуляции. Обе колонны работали при температуре в нижней части около 110°C и температуре в верхней части, немного превышающей 40°C. Таким образом, охлаждающей водой с температурой менее 40°C осуществляли частичную конденсацию при 47°C.

Пример 6. Отделение масляного альдегида от этилпропилакролеина.

Повторили пример 5 с использованием смеси 2,06 вес.% масляного альдегида, 97,7 вес.% этилпропилакролеина и 0,22 вес.% воды. В этом случае смесь подавали в колонну низкого давления, работающую при 0,14 бар абс. Из нижней части колонны отводили смесь, по существу, чистого этилпропилакролеина с температурой около 110°C. Жидкий головной погон представлял собой смесь, содержащую 82,3 вес.% этилпропилакролеина, 10,3 вес.% масляного альдегида и 7,4 вес.% воды. Он конденсировался при 52°C. Его частично использовали в качестве флегмы и частично подавали насосом в колонну высокого давления, работающую, примерно, при 0,4 бар абс. Сверху этой колонны получали поток, содержащий масляный альдегид и воду и, по существу, не содержащий этилпропилакролеин. Этот головной поток частично использовали в качестве флегмы и частично выводили для дальнейшей обработки. Кубовый поток, содержащий смесь 3,7 вес.% масляного альдегида, 7,3 вес.% воды и 89 вес.% этилпропилакролеина, снова кипятили при 110°C. Часть этого потока охлаждали до 90°C и возвращали в колонну низкого давления, тем самым, завершая контур рециркуляции, а обогащенный этилпропилакролеином поток выводили из нижней части. Этот поток с температурой около 110°C содержал около 63 мол.% этилпропилакролеина. Этот обогащенный этилпропилакролеином поток возвращали в колонну низкого давления.

Пример 7. Отделение масляного альдегида от этилпропилакролеина.

Повторили пример 5 за исключением того, что масляный альдегид и воду, отводимые как головной погон колонны высокого давления, разделяли на поток, обогащенный водой, и поток, обогащенный масляным альдегидом. Поток, обогащенный масляным альдегидом, использовали в качестве флегмы колонны высокого давления.

Пример 8. Отделение валерианового альдегида от пропилбутилакролеина.

В результате альдолизации валерианового альдегида на один моль акролеина образуется один моль воды. Поэтому вода, как правило, присутствует в процессе отделения валерианового альдегида от пропилбутилакролеина. Дополнительной проблемой в этом случае разделения является то, что при повышенной температуре из валерианового альдегида и пропилбутилакролеина с высокой вероятностью образуются нежелательные тяжелые соединения.

В данном примере смесь 90 мол.% валерианового альдегида, 5 мол.% воды и 5 мол.% пропилбутилакролеина подавали в колонну высокого давления, работающую при 0,4 бар абс. В этой колонне сверху получали не содержащую пропилбутилакролеин смесь валериановый альдегид/вода с температурой около 41°C, тогда как снизу получали обогащенный пропилбутилакролеином поток с температурой около 80°C. Этот поток кубового продукта содержал около 91 мол.% пропилбутилакролеина, 6,5 мол.% валерианового альдегида и 2,5 мол.% воды. Обогащенный пропилбутилакролеином поток подавали в колонну низкого давления, работающую при 0,08 бар абс., снизу этой колонны получали, по существу, чистый пропилбутилакролеин с температурой около 80°C. Головной погон, содержащий около 92 мол.% пропилбутилакролеина, валериановый альдегид и воду, частично конденсировали при 40°C. Жидкость из конденсатора возвращали в качестве флегмы в колонну низкого давления, а пар сжимали и возвращали в колонну высокого давления.

Пример 9. Отделение 2-метилмасляного альдегида от пропилбутилакролеина.

Смесь 3,5 мол.% 2-метилмасляного альдегида, 1,5 мол.% воды и 95 мол.% пропилбутилакролеина подавали в колонну низкого давления, работающую при 0,08 бар абс. Снизу этой колонны получали поток, по существу, чистого пропилбутилакролеина с температурой около 80°C. Головной поток частично конденсировали, примерно, при 40°C. Жидкость из конденсатора возвращали в качестве флегмы в колонну низкого давления, тогда как пар сжимали и подавали в колонну высокого давления, работающую при 0,25 бар абс. В колонне высокого давления в качестве головного погона получали смесь 2-метилмасляный альдегид/вода с температурой около 40°C. Поток, содержащий около 65 мол.% пропилбутилакролеина, 35 мол.% 2-метилмасляного альдегида и, по существу, не содержащий воду, отводили из нижней части при 80°C. Этот поток возвращали в колонну низкого давления.

Пример 10. Отделение пропионового альдегида от этилена.

Смесь 44,8 вес.% пропионового альдегида, 28,3 вес.% этилена, 26,8 вес.%этана и менее 0,1 вес.% неконденсирующихся соединений подавали в колонну низкого давления, работающую при 5,0 бар абс. Отводили жидкий поток кубового продукта, содержащий 99,9 вес.% пропионового альдегида и имеющий температуру 103°C, и парообразный верхний продукт, содержащий 33,7 вес.% пропионового альдегида, 32,1 вес.% этилена, 34,1 вес.% этана и неконденсирующиеся соединения и имеющий температуру 47°C. Этот поток продукта сжимали до 50 бар абс. и охлаждали до 50°C, достигая частичной конденсации потока. Затем этот поток подавали в колонну высокого давления, работающую при 48,5 бар абс. Поток верхнего продукта колонны высокого давления представлял собой пар, содержащий, главным образом, этилен и этан и менее 1000 вес.ч. на млн пропионового альдегида и растворенных неконденсирующихся соединений и имеющий температуру 16°C. Поток, отводимый из нижней части колонны высокого давления, содержал 76,5 вес.% пропионового альдегида, 7,8 вес.% этилена, 15,7 вес.% этана и практически не содержал неконденсирующиеся соединения. Этот поток с температурой 102°C возвращали в колонну низкого давления для завершения цикла рециркуляции.

Температура головной погоны колонны высокого давления составляла всего 16°C, что, естественно, ниже температуры охлаждающей воды и, таким образом, в некоторых случаях потребуются альтернативное охлаждение.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ отделения альдегида и второго компонента от исходного потока, содержащего альдегид и второй компонент, включающий стадии, на которых

а) исходный поток подают в один или оба резервуара из числа первого разделительного резервуара, работающего при первом давлении, и второго разделительного резервуара, работающего при втором давлении, при этом указанное второе давление больше указанного первого давления;

б) осуществляют работу указанного первого разделительного резервуара и указанного второго разделительного резервуара так, что в них происходит разделение;

в) отводят поток продукта, а именно альдегида, из нижней части или из места вблизи нижней части первого разделительного резервуара, при этом указанный поток продукта - альдегида - характеризуется большей концентрацией альдегида, чем в исходном потоке;

г) отводят поток второго компонента из верхней части или из места вблизи верхней части второго разделительного резервуара, при этом указанный поток второго компонента характеризуется большей концентрацией второго компонента, чем в исходном потоке;

е) отводят первый рециркулируемый поток из верхней части или из места вблизи верхней части первого разделительного резервуара и подают его во второй разделительный резервуар; и

ф) отводят второй рециркулируемый поток из нижней части или из места вблизи нижней части второго разделительного резервуара и подают его в первый разделительный резервуар.

2. Способ по п.1, в котором второй компонент представляет собой олефин.

3. Способ по п.2, в котором олефин представляет собой олефин, из которого образовался альдегид.

4. Способ по п.3, в котором олефин представляет собой олефин C₂-C₂₀, а альдегид включает на один атом углерода больше, чем олефин.

5. Способ по п.4, в котором

альдегид представляет собой масляный альдегид, а второй компонент представляет собой пропилен, в котором, необязательно, присутствует пропан;

альдегид представляет собой валериановый альдегид, а второй компонент представляет собой бутен, в котором, необязательно, присутствует бутан; или

альдегид представляет собой пропионовый альдегид, а второй компонент представляет собой этилен, в котором, необязательно, присутствует этан.

6. Способ по п.1, в котором второй компонент представляет собой ненасыщенный альдегид.

7. Способ по п.6, в котором ненасыщенный альдегид представляет собой ненасыщенный альдегид C₃-C₂₀.

8. Способ по п.6, в котором

альдегид представляет собой масляный альдегид, а второй компонент представляет собой этилпропилакролеин;

альдегид представляет собой валериановый альдегид, а второй компонент представляет собой пропилбутилакролеин; или

альдегид представляет собой 2-метилмасляный альдегид, 3-метилмасляный альдегид или как 2-метилмасляный альдегид, так и 3-метилмасляный альдегид, а второй компонент представляет собой пропилбутилакролеин.

9. Способ по любому из пп.1-8, в котором первый и второй разделительные резервуары представляют собой испарительные резервуары с соответствующими питающими конденсаторами.

10. Способ по любому из пп.1-9, в котором первый и второй разделительные резервуары представ-

ляют собой разделительные колонны.

11. Способ по любому из пп.1-10, в котором первый разделительный резервуар работает при разрежении 1 мбар абс. или от 10 до 50 мбар абс.

12. Способ по любому из пп.1-10, в котором первый разделительный резервуар работает при давлении от 0,05 до 10 бар абс, от 1 до 5 бар абс, от 2 до 3 бар абс. или при давлении 2,8 бар абс.

13. Способ по любому из пп.1-12, в котором второй разделительный резервуар работает при давлении, которое ниже критического давления материала, находящегося в нем.

14. Способ по п.13, в котором второй разделительный резервуар работает при давлении от 0,1 до 30 бар абс, или от 15 до 25 бар абс, или при давлении 18 бар абс, при условии, что выбранное давление выше давления в первом разделительном резервуаре.

15. Способ по любому из пп.1-14, в котором первый рециркулируемый поток перед подачей во второй разделительный резервуар пропускают через один или несколько компрессоров.

16. Способ по любому из пп.1-15, в котором в нижней части первого разделительного резервуара поддерживают температуру от 50 до 200°C, или от 60 до 150°C, или от 80 до 130°C, или от 90 до 110°C.

17. Способ по любому из пп.1-14, в котором в нижней части второго разделительного резервуара поддерживают температуру от 50 до 200°C, или от 60 до 150°C, или от 80 до 130°C, или от 90 до 110°C.

18. Способ по любому из пп.1-15, в котором давление во втором разделительном резервуаре выбрано так, что температура потока, отводимого из нижней части или из места вблизи нижней части второго разделительного резервуара, не более чем на 20°C или не более чем на 10°C отличается от температуры нижней части первого разделительного резервуара.

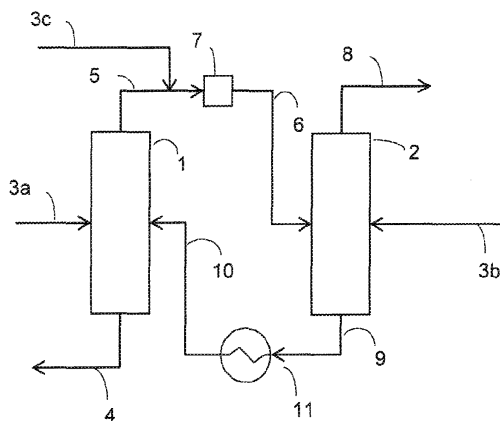
19. Способ по любому из пп.1-16, в котором поток, отводимый из верхней части или из места вблизи верхней части второго разделительного резервуара, направляют в дополнительное средство разделения.

20. Способ по любому из пп.1-16, в котором поток, отводимый из верхней части или из места вблизи верхней части первого разделительного резервуара, перед подачей во второй разделительный резервуар пропускают через дополнительное средство разделения.

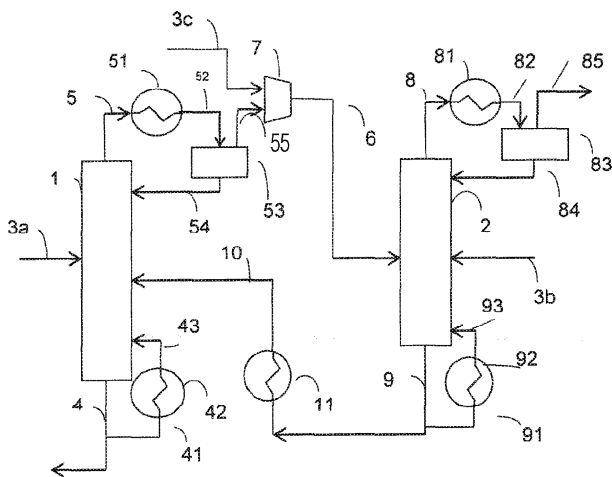
21. Способ по п.19 или 20, в котором дополнительное средство разделения представляет собой разделитель смеси олефин/алкан.

22. Способ осуществления гидроформилирования олефина, в котором один или несколько отходящих потоков реактора гидроформилирования обрабатывают в соответствии со способом по любому из пп.1-21.

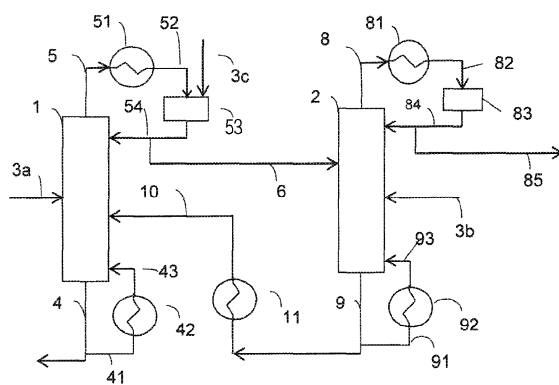
23. Способ по п.22, в котором один или несколько отходящих потоков предварительно обрабатывают в скруббере альдегида потоком, по существу, не содержащим олефина.



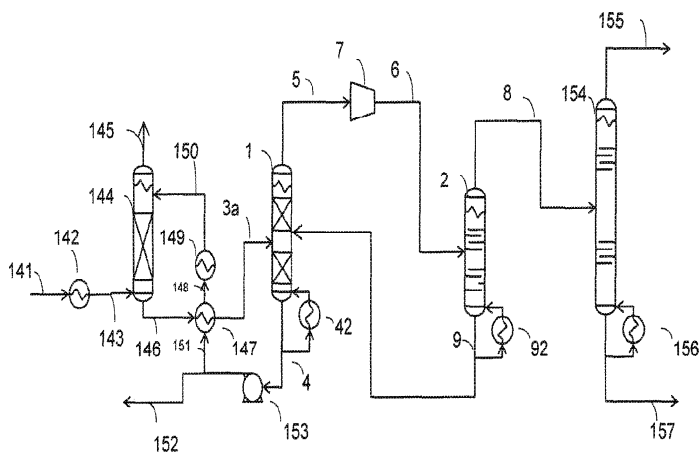
Фиг. 1



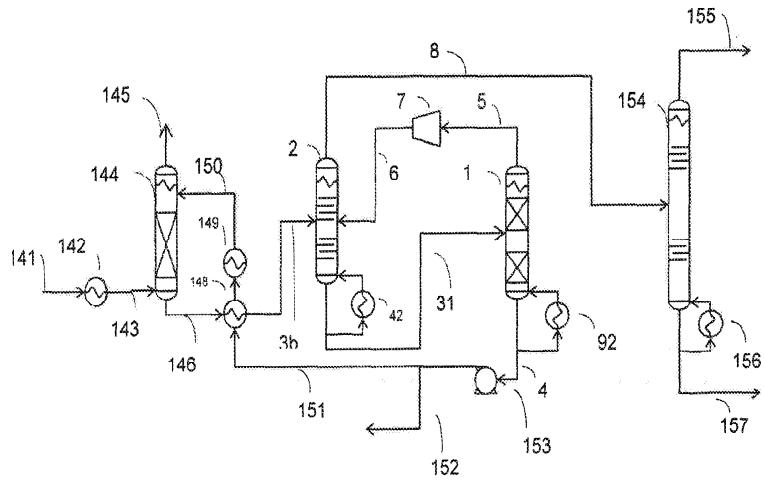
Фиг. 2



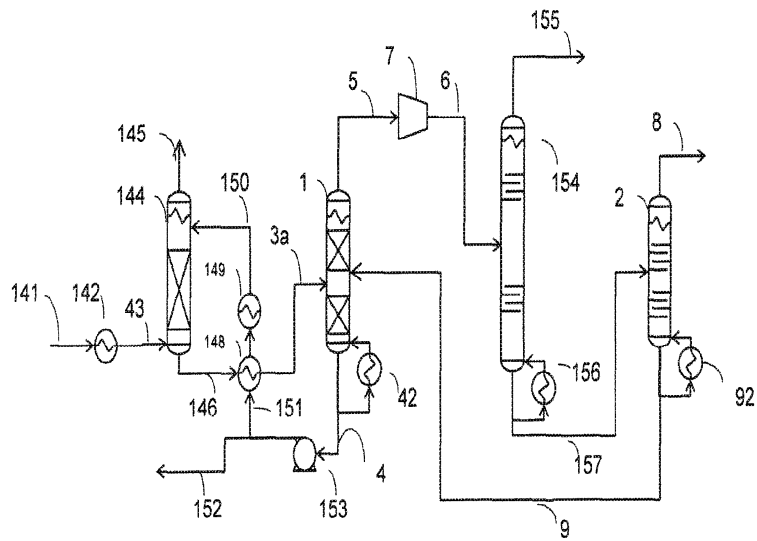
Фиг. 3



Фиг. 4



Фиг. 5



Фиг. 6