

(19)



**Евразийское  
патентное  
ведомство**

(11) **039838**

(13) **B1**

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

(45) Дата публикации и выдачи патента  
**2022.03.18**

(21) Номер заявки  
**202191616**

(22) Дата подачи заявки  
**2019.12.06**

(51) Int. Cl. **C07C 29/80** (2006.01)  
**C07C 29/12** (2006.01)  
**C07C 31/20** (2006.01)

---

(54) **СПОСОБ ПОЛУЧЕНИЯ ЭТИЛЕНГЛИКОЛЯ**

---

(31) **18211334.0**

(32) **2018.12.10**

(33) **EP**

(43) **2021.08.31**

(86) **PCT/EP2019/083948**

(87) **WO 2020/120305 2020.06.18**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:  
**ШЕЛЛ ИНТЕРНЭШНЛ РИСЕРЧ  
МААТСХАППИЙ Б.В. (NL)**

(72) Изобретатель:  
**Ван Крюхтен Эгене Марие Годфрид  
Андре (NL), Бонс Петрус Йоханнес  
Герардус (SG)**

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

(56) **WO-A1-2011136127  
US-A1-2012136178**

---

(57) Изобретение относится к способу получения этиленгликоля из этилена, который включает осуществление контакта потока диоксида углерода, образующегося в результате гидролиза этиленкарбоната, или потока конденсата, образующегося в результате конденсации указанного потока диоксида углерода, или потока сточных вод, образующегося в результате удаления воды из потока этиленгликоля, причем указанный поток содержит воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержит 2-иодэтанол или 2-бромэтанол, с содержащим щелочной металл основным соединением, с образованием смеси, содержащей воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержащей иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, причем указанную смесь дегидратируют.

**B1**

**039838**

**039838**

**B1**

### Область техники

Настоящее изобретение относится к способу получения этиленгликоля из этилена.

### Уровень техники

Моноэтиленгликоль применяют в качестве сырья при производстве полиэфирных волокон, полиэтилентерефталатных (ПЭТ) пластиков и смол. Он также входит в состав автомобильных антифризов.

Моноэтиленгликоль обычно получают из этиленоксида, который, в свою очередь, получают из этилена. Для получения этиленоксида этилен и кислород пропускают над катализатором эпоксирирования, например катализатором из оксида серебра, обычно при давлении 10-30 бар и при температуре 200-300°C, с получением потока продукта, содержащего этиленоксид, диоксид углерода, этилен, кислород и воду. Количество этиленоксида в потоке продукта обычно составляет примерно от 0,5 до 10 мас.%. Поток продукта подают в абсорбер этиленоксида и этиленоксид абсорбируют рециркулирующим потоком растворителя (абсорбента), содержащего в основном воду. После абсорбции поток водного этиленоксида направляют в отпарную колонну для отделения этиленоксида. Этиленоксид покидает верхнюю часть отпарной колонны в виде концентрированного водного потока этиленоксида.

В одном хорошо известном способе этиленоксид затем каталитически взаимодействует с диоксидом углерода с образованием этиленкарбоната (карбоксилирование). Затем этиленкарбонат гидролизуют с получением этиленгликоля и диоксида углерода. Реакция через этиленкарбонат значительно улучшает селективность преобразования этиленоксида в моноэтиленгликоль по сравнению с известным способом, в котором этиленоксид взаимодействует с большим избытком воды с образованием этиленгликоля в некаталитическом способе.

Каталитическое преобразование этилена в этиленоксид обычно протекает в присутствии замедлителя, который контролирует производительность катализатора эпоксирирования. Обычно применяемые замедлители включают монохлорэтан или дихлорэтан. Эти органические хлоридные замедлители частично превращаются в другие органические хлоридные соединения, которые в конечном итоге попадают в поток продукта этиленоксида, который подают в абсорбер этиленоксида. Эти органические хлоридные соединения включают 2-хлорэтанол и хлорметилдиоксолан. Эти органические хлоридные соединения частично абсорбируются в абсорбере этиленоксида, присутствуют в потоке, подаваемом в отпарную колонну этиленоксида, и присутствуют в потоке концентрированного водного этиленоксида, отбираемом из верхней части отпарной колонны этиленоксида.

Если этиленоксид каталитически превращается в моноэтиленгликоль через этиленкарбонат, как описано выше, присутствие вышеуказанных органических хлоридных соединений в потоке концентрированного этиленоксида может привести к проблемам. Эти органические хлоридные соединения могут взаимодействовать с катализаторами гидролиза, такими как карбонат калия, с образованием неорганических хлоридных соединений (например, хлорида калия). Следовательно, эти органические хлоридные соединения могут вызывать разложение катализаторов гидролиза, а также могут приводить к накоплению неорганического хлорида. Неорганический хлорид может начать выпадать в осадок и может вызывать хлоридную коррозию под напряжением.

В заявке на патент Индии IN 2012CN09850 описан способ получения этиленгликоля из этилена посредством гидролиза этиленкарбоната, как описано выше. В примере 2 указанной заявки IN 2012CN09850 газообразный диоксид углерода, который был получен в реакторе гидролиза, охлаждали с получением конденсационной жидкости (конденсата), содержащей воду, этиленгликоль, этиленхлоргидрин (2-хлорэтанол) и хлорметилдиоксолан. В примере 3 указанной заявки IN 2012CN09850 вместе с жидкостью из реактора гидролиза указанный конденсат из примера 2 подвергали перегонке, в результате чего получали верхний поток, содержащий воду, этиленхлоргидрин и хлорметилдиоксолан, и нижний поток этиленгликоля, не содержащий хлорорганических соединений. Последний верхний поток можно выбросить, так что удаленные органические хлоридные соединения больше не могут приводить к вышеописанным проблемам.

В примере 3 указанной заявки IN 2012CN09850 не описано явно, в какие положения дистилляционной колонны подают каждую из указанной конденсационной жидкости и указанной жидкости из реактора гидролиза. Однако в параграфе [0045] указанной заявки IN 2012CN09850 описано, что указанную конденсационную жидкость следует подавать в дистилляционную колонну в положении, которое находится выше положения, в которое подают указанную жидкость из реактора гидролиза, чтобы избежать любого контакта указанной конденсационной жидкости с катализатором гидролиза, присутствующим в указанной жидкости из реактора гидролиза.

Однако в дополнение к вышеупомянутым органическим хлоридным соединениям, которые удаляются в способе согласно указанной заявке IN 2012CN09850, также могут образовываться органические иодидные или бромидные соединения, такие как, например, 2-иодэтанол и 2-бромэтанол. Это вызвано применением иодидного или бромидного катализатора при карбоксилировании (получении этиленкарбоната) и/или гидролизе (этиленкарбоната). Указанные 2-иодэтанол и 2-бромэтанол могут быть образованы при взаимодействии иодидного или бромидного катализатора с этиленоксидом или этиленкарбонатом, что приводит к потере ценного иодидного или бромидного катализатора.

В указанном документе IN 2012CN09850 действительно признается, что в раскрытом способе ценный иодидный и бромидный катализатор теряется. Поскольку в параграфе [0047] указанной заявки IN 2012CN09850 описано, что, когда галоген, такой как иод или бром, полученный из катализатора карбоксилирования, и/или сам катализатор удаляют вместе с удалением хлора, предпочтительно дополнительно добавлять катализатор карбоксилирования и/или катализатор гидролиза или добавлять галогенид водорода, такой как иодистый водород, бромистый водород и т.п., который соответствует использованному катализатору, в зависимости от ситуации. Таким образом, в указанной заявке IN 2012CN09850 предлагают добавление дополнительного иодидного или бромидного катализатора для компенсации потерь иодидного или бромидного катализатора.

Целью настоящего изобретения является обеспечение способа получения этиленгликоля из этилена посредством гидролиза этиленкарбоната, как описано выше, который устраняет описанную выше потерю иодидного или бромидного катализатора, без необходимости добавления дополнительного иодидного или бромидного катализатора или с необходимостью добавления существенно меньшего количества дополнительного иодидного или бромидного катализатора, и при этом в то же время с обеспечением возможности удаления нежелательных органических хлоридных соединений и максимального увеличения извлечения этиленгликоля.

#### **Краткое описание изобретения**

Неожиданно было обнаружено, что вышеупомянутая цель может быть достигнута путем осуществления контакта потока диоксида углерода, образующегося в результате гидролиза этиленкарбоната, или потока конденсата, образующегося в результате конденсации указанного потока диоксида углерода, или потока сточных вод, возникающих в результате удаления воды из потока этиленгликоля, при этом указанный поток содержит воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержит 2-иодэтанол или 2-бромэтанол, с содержащим щелочной металл основным соединением, с образованием смеси, содержащей воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержащей иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, причем указанную смесь дегидратируют.

Соответственно, настоящее изобретение относится к способу получения этиленгликоля из этилена, при этом указанный способ включает следующие стадии:

- i) преобразование этилена в присутствии кислорода, катализатора эпоксилирования и хлоридного замедлителя в этиленоксид в реакторе для получения этиленоксида;
  - ii) абсорбцию этиленоксида водным абсорбентом и затем отгонку указанного абсорбента с получением водного потока этиленоксида;
  - iii) преобразование водного потока этиленоксида в присутствии катализатора и диоксида углерода в реакторе карбоксилирования в поток этиленкарбоната;
  - iv) преобразование потока этиленкарбоната в присутствии катализатора в реакторе гидролиза в поток этиленгликоля и поток диоксида углерода;
  - v) удаление воды из потока этиленгликоля в колонне дегидратации с образованием потока дегидратированного этиленгликоля и потока сточной воды;
  - vi) очистка потока дегидратированного этиленгликоля в дистилляционной колонне гликоля с образованием потока очищенного продукта этиленгликоля и потока рециркулированного катализатора;
- при этом на стадии iii) и/или на стадии iv) катализатор представляет собой иодидный катализатор или бромидный катализатор;
- поток диоксида углерода, полученный на стадии iv), содержит диоксид углерода, воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержит 2-иодэтанол или 2-бромэтанол и конденсируется в конденсаторе с образованием рециркулированного потока диоксида углерода и потока конденсата; и
- поток диоксида углерода, полученный на стадии iv), или поток конденсата, или поток сточной воды, полученный на стадии v), вступает в контакт с содержащим щелочной металл основным соединением для превращения 2-иодэтанола или 2-бромэтанола в иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, и полученную смесь, содержащую воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержащую иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, дегидратируют.

#### **Краткое описание графических материалов**

Фиг. 1-3 представляют собой схематические диаграммы, показывающие способы в соответствии с изобретением.

#### **Подробное описание изобретения**

Способ согласно настоящему изобретению включает различные стадии, как описано ниже. Указанный способ может включать одну или более промежуточных стадий между этими стадиями. Кроме того, указанный способ может включать одну или более дополнительных стадий перед стадией i) и/или после стадии vi).

Хотя способ согласно настоящему изобретению и смеси или потоки, применяемые в указанном способе, описаны в терминах "содержащий", "имеющий в своем составе" или "включающий" один или более различных описанных стадий и компонентов, соответственно, они также могут "состоять по

существо из" или "состоять из" указанных одного или более различных описанных стадий и компонентов соответственно.

В контексте настоящего изобретения в случае, когда смесь, поток или катализатор содержит два или более компонентов, эти компоненты должны быть выбраны в общем количестве, не превышающем 100%.

В рамках настоящего описания "по существу отсутствует" означает, что отсутствует поддающееся обнаружению количество рассматриваемого компонента в катализаторе или композиции.

Кроме того, если для показателя указаны верхний и нижний пределы, то также подразумевается и диапазон значений, определенный комбинацией любого из верхних пределов и любого из нижних пределов.

В рамках настоящего описания "дегидратация" потока или смеси, содержащей воду и один или более других компонентов, относится к удалению воды из такого потока или смеси. Это не относится к химической реакции дегидратации, связанной с потерей молекулы воды из соединения.

На стадии i) получения этиленоксида согласно настоящему способу применяют хлоридный замедлитель. В настоящем описании "хлоридный замедлитель" относится к органическому соединению, содержащему один или более атомов хлора. Указанный хлоридный замедлитель дополнительно описан ниже при рассмотрении стадии i). Как описано выше, такой хлоридный замедлитель частично превращается в 2-хлорэтанол.

Кроме того, на стадии iii) получения этиленкарбоната и/или стадии гидролиза этиленкарбоната iv) настоящего способа катализатор представляет собой иодидный катализатор или бромидный катализатор. В настоящем описании "иодидный катализатор" или "бромидный катализатор" относится к катализатору, содержащему иодидный анион или бромидный анион. Указанные катализаторы дополнительно описаны ниже при рассмотрении стадий iii) и iv). Как описано выше, 2-иодэтанол образуется при взаимодействии иодидного катализатора с этиленоксидом или этиленкарбонатом, а 2-бромэтанол образуется при взаимодействии бромидного катализатора с этиленоксидом или этиленкарбонатом.

Вышеупомянутые 2-хлорэтанол, 2-иодэтанол и 2-бромэтанол попадают в поток диоксида углерода, образующийся на стадии гидролиза этиленкарбоната iv) настоящего способа. Поток диоксида углерода, полученный на стадии iv), содержит диоксид углерода, воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержит 2-иодэтанол или 2-бромэтанол. Кроме того, поток диоксида углерода, полученный на стадии iv), может содержать хлорметилдиоксолан и иодметилдиоксолан или бромметилдиоксолан.

В настоящем способе вышеупомянутый поток диоксида углерода, полученный на стадии iv), конденсируют в конденсаторе с образованием рециркулированного потока диоксида углерода и потока конденсата. Кроме того, поток диоксида углерода, полученный на стадии iv), или поток конденсата, или поток сточной воды, полученный на стадии v), вступает в контакт с содержащим щелочной металл основным соединением для превращения 2-иодэтанолом или 2-бромэтанолом в иодид щелочного металла или бромид щелочного металла. Кроме того, любой иодметилдиоксолан или бромметилдиоксолан также может быть превращен в иодид щелочного металла или бромид щелочного металла при контакте с указанным содержащим щелочной металл основным соединением. Выгодно, что в настоящем изобретении при таких превращениях также образуется дополнительный ценный этиленгликоль, который извлекают на более поздней стадии. Полученную смесь, содержащую воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержащую иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, затем дегидратируют. Предпочтительно указанную смесь дегидратируют на стадии v). Однако в качестве альтернативы указанная смесь может быть дегидратирована в другой колонне дегидратации, отличной от колонны дегидратации, применяемой на стадии v), с образованием потока дегидратированного этиленгликоля и потока сточной воды, при этом как последний поток дегидратированного этиленгликоля, так и поток дегидратированного этиленгликоля, полученный на стадии v), можно очистить на стадии vi).

Преимущественно на стадии дегидратации настоящего способа 2-хлорэтанол удаляют из способа вместе с водой как часть потока сточных вод. Этиленгликоль и иодид щелочного металла или бромид щелочного металла попадают в поток дегидратированного этиленгликоля, который затем очищают на стадии vi) с образованием потока очищенного продукта этиленгликоля и потока рециркулированного катализатора. Последний поток рециркулированного катализатора содержит указанный иодид или бромид щелочного металла, который затем может быть успешно повторно использован в качестве катализатора в настоящем способе. Кроме того, дополнительный этиленгликоль, полученный из потока конденсата, выгодно извлекают в потоке очищенного продукта этиленгликоля на стадии vi) настоящего способа.

В настоящем способе содержащее щелочной металл основное соединение применяют для превращения 2-иодэтанолом или 2-бромэтанолом в иодид щелочного металла или бромид щелочного металла. Щелочной металл в указанном содержащем щелочной металл основном соединении может представлять собой любой щелочной металл и может представлять собой литий, натрий, калий, рубидий

или цезий, предпочтительно литий, натрий или калий, более предпочтительно натрий или калий. Наиболее предпочтительным щелочным металлом является калий.

Кроме того, указанное содержащее щелочной металл основное соединение представляет собой основание, что подразумевает, что рН водного раствора, содержащего такое основное соединение, превышает 7, предпочтительно по меньшей мере 7,5, более предпочтительно по меньшей мере 8, более предпочтительно по меньшей мере 8,5, наиболее предпочтительно по меньшей мере 9. Соответственно, указанный рН составляет по большей мере 12, более подходяще по большей мере 10, наиболее подходяще по большей мере 8. Подходящим методом измерения рН является ASTM D1287. Это означает, что в настоящем изобретении смесь, полученная в результате осуществления контакта потока диоксида углерода, полученного на стадии iv), или потока конденсата, или потока сточной воды, полученной на стадии v), с содержащим щелочной металл основным соединением, имеет рН, который составляет больше 7, предпочтительно по меньшей мере 7,5, более предпочтительно по меньшей мере 8, более предпочтительно по меньшей мере 8,5, наиболее предпочтительно по меньшей мере 9 и подходяще по большей мере 12, более подходяще по большей мере 10, наиболее подходяще по большей мере 8.

Подходящие примеры указанного содержащего щелочной металл основного соединения включают карбонат калия ( $K_2CO_3$ ), бикарбонат калия ( $KHCO_3$ ), гидроксид калия (KOH), карбонат натрия ( $Na_2CO_3$ ), бикарбонат натрия ( $NaHCO_3$ ) и гидроксид натрия (NaOH). Предпочтительно указанное содержащее щелочной металл основное соединение представляет собой карбонат калия, бикарбонат калия и/или гидроксид калия. Особенно предпочтительно, чтобы катализатор, применяемый на стадии iv) гидролиза этиленкарбоната, также применяли в качестве указанного содержащего щелочной металл основного соединения, с которым вступает в контакт поток диоксида углерода, полученный на стадии iv), или поток конденсата.

В настоящем изобретении предпочтительно содействие превращению 2-иодэтанола или 2-бромэтанола в иодид щелочного металла или бромид щелочного металла и в то же время предотвращение или уменьшение превращения 2-хлорэтанола в хлорид щелочного металла посредством контакта с содержащим щелочной металл основным соединением, может быть достигнуто путем изменения одного или нескольких из множества параметров. Например, указанные параметры включают температуру, время пребывания (время реакции), концентрацию реагента (концентрацию 2-хлорэтанола и 2-иодэтанола или 2-бромэтанола), концентрацию катализатора и тип катализатора. Что касается типа катализатора, например, KOH более активен, чем  $KHCO_3$ .

В настоящем изобретении температура во время осуществления контакта потока диоксида углерода, полученного на стадии iv), или потока конденсата, или потока сточной воды, полученного на стадии v), с содержащим щелочной металл основным соединением может варьироваться в широких пределах и может составлять от 20 до 200°C, предпочтительно от 40 до 170°C, более предпочтительно от 50 до 150°C. Кроме того, в настоящем изобретении период времени осуществления контакта потока диоксида углерода, полученного на стадии iv), или потока конденсата, или потока сточной воды, полученного на стадии v), с содержащим щелочной металл основным соединением также может варьироваться в широких пределах и может составлять от 0,1 с до 5 ч, предпочтительно от 0,5 с до 2 ч, более предпочтительно от 1 до 30 мин. Указанный период времени здесь также называется временем пребывания (временем реакции).

В одном варианте реализации настоящего способа (далее "первый вариант") поток диоксида углерода, полученный на стадии iv), приводят в контакт в конденсаторе с содержащим щелочной металл основным соединением, и поток конденсата, содержащий воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль, и дополнительно содержащий иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, дегидратируют. В конденсаторе образуется конденсированная жидкость, которая в конденсаторе вступает в контакт с содержащим щелочной металл основным соединением. Пример первого варианта реализации проиллюстрирован на фиг. 1, как дополнительно описано ниже.

Предпочтительно в первом варианте реализации поток конденсата дегидратируют на стадии v). Однако, альтернативно, поток конденсата может быть дегидратирован в другой колонне дегидратации, отличной от колонны дегидратации, применяемой на стадии v), с образованием потока дегидратированного этиленгликоля и потока сточной воды, при этом как последний поток дегидратированного этиленгликоля, так и поток дегидратированного этиленгликоля, полученный на стадии v), может быть очищен на стадии vi).

Кроме того, предпочтительно, в первом варианте реализации поток конденсата дегидратируют на стадии v) и подают в колонну дегидратации в положении, которое находится выше положения, в которое подают поток этиленгликоля. Предпочтительно поток конденсата подают в положение, которое находится по меньшей мере на 1 тарелку, более предпочтительно по меньшей мере на 2 тарелки, более предпочтительно по меньшей мере на 3 тарелки, наиболее предпочтительно по меньшей мере на 5 тарелок выше положения, в которое подают поток этиленгликоля. Таким образом, предпочтительно избегают контакта между 2-хлорэтанолом из потока конденсата и катализатором из потока этиленгликоля, тем самым предотвращая образование неорганического хлорида (например, хлорида калия).

Кроме того, предпочтительно, в первом варианте реализации температура во время осуществления контакта потока диоксида углерода, полученного на стадии iv), с содержащим щелочной металл основным соединением в конденсаторе составляет от 20 до 200°C, более предпочтительно от 20 до 150°C, более предпочтительно от 50 до 150°C, наиболее предпочтительно от 80 до 150°C. Температура потока снижается в конденсаторе в направлении от входного конца (например, 150°C) к выходному концу (например, 20°C). Время пребывания в конденсаторе обычно составляет порядка секунд. При относительно высокой температуре (например, 150°C) время пребывания в конденсаторе может быть коротким, например от 0,5 до 1 с, тогда как время пребывания в конденсаторе при более низкой температуре может быть увеличено. Кроме того, имеет значение не только время пребывания в конденсаторе, но также время пребывания в трубопроводе, по которому поток конденсата направляют в колонну дегидратации. Таким образом, желаемое время пребывания для превращения 2-иодэтанола или 2-бромэтанола в иодид щелочного металла или бромид щелочного металла может быть достигнуто за счет конструкции конденсатора и/или конструкции трубопровода к колонне дегидратации.

В другом варианте реализации настоящего способа (далее "второй вариант") поток этиленгликоля содержит содержащее щелочной металл основное соединение, а поток конденсата содержит воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержит 2-иодэтанола или 2-бромэтанола и вступает в контакт с потоком этиленгликоля, и полученный поток этиленгликоля, содержащий воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержащий иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, подают на стадию v) и дегидратируют. Во втором варианте реализации указанное приведение в контакт можно осуществлять путем смешивания в потоке или путем смешивания в отдельном сосуде. Пример второго варианта реализации проиллюстрирован на фиг. 2, как дополнительно описано ниже.

Предпочтительно во втором варианте реализации температура во время осуществления контакта потока конденсата с потоком этиленгликоля, содержащего содержащее щелочной металл основное соединение, составляет от 20 до 200°C, более предпочтительно от 60 до 180°C, более предпочтительно от 100 до 170°C, более предпочтительно от 120 до 160°C, наиболее предпочтительно от 130 до 150°C. Во втором варианте реализации последняя температура может быть относительно высокой, поскольку обычно объем потока этиленгликоля, имеющего относительно высокую температуру, значительно больше, чем объем потока конденсата, имеющего относительно низкую температуру. Принимая во внимание такую относительно высокую температуру осуществления контакта, предпочтительно, чтобы время пребывания было относительно коротким. Во втором варианте реализации время пребывания может составлять от 0,1 с до 10 мин, предпочтительно от 0,5 с до 5 мин, более предпочтительно от 0,5 до 30 с, наиболее предпочтительно от 0,5 до 5 с. Например, во втором варианте реализации время пребывания может быть сокращено благодаря началу смешивания потока конденсата с потоком этиленгликоля в точке, которая находится на относительно небольшом расстоянии выше по потоку от точки, в которой полученный смешанный поток подают в колонну дегидратации, применяемую на стадии v).

В еще одном варианте реализации настоящего способа (далее "третий вариант") поток конденсата содержит воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержит 2-иодэтанола или 2-бромэтанола и вступает в контакт с содержащим щелочной металл основным соединением, и полученный поток конденсата, содержащий воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержащий иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, дегидратируют. Предпочтительно в третьем варианте реализации поток конденсата вступает в контакт с потоком, содержащим содержащее щелочной металл основное соединение, причем указанный поток не содержит или, по существу, не содержит этиленгликоль. В третьем варианте реализации указанное приведение в контакт проводят перед дегидратацией. В третьем варианте реализации указанное приведение в контакт можно осуществлять путем смешивания в потоке или путем смешивания в отдельном сосуде. Пример третьего варианта реализации показан на фиг. 3, как дополнительно описано ниже.

Предпочтительно в третьем варианте реализации полученный поток конденсата дегидратируют на стадии v). Однако, альтернативно, полученный поток конденсата может быть дегидратирован в другой колонне дегидратации, отличной от колонны дегидратации, применяемой на стадии v), с образованием потока дегидратированного этиленгликоля и потока сточной воды, причем как последний поток дегидратированного этиленгликоля, так и поток дегидратированного этиленгликоля, полученный на стадии v), может быть очищен на стадии vi).

Кроме того, предпочтительно в третьем варианте реализации полученный поток конденсата дегидратируют на стадии v) и подают в колонну дегидратации в положении, которое находится выше положения, в которое подают поток этиленгликоля. Предпочтительно полученный поток конденсата подают в положение, которое находится по меньшей мере на 1 тарелку, более предпочтительно по меньшей мере на 2 тарелки, более предпочтительно по меньшей мере на 3 тарелки, наиболее предпочтительно по меньшей мере на 5 тарелок выше положения, в которое подают поток этиленгликоля. Таким образом, предпочтительно избегают контакта между 2-хлорэтанолом из полученного потока конденсата и катализатором из потока этиленгликоля, тем самым предотвращая образование неорганического хлорида (например, хлорида калия).

Кроме того, в третьем варианте реализации (i) температура во время осуществления контакта потока конденсата с содержащим щелочной металл основным соединением и (ii) время пребывания могут варьироваться в широких пределах. В общем, предпочтительно сочетать относительно высокую температуру с относительно коротким временем пребывания, и наоборот, предпочтительно сочетать относительно низкую температуру с относительно длительным временем пребывания. Например, в третьем варианте реализации указанная температура может составлять от 20 до 90°C, предпочтительно от 40 до 80°C, более предпочтительно от 60 до 80°C, и в этом случае указанное время пребывания может составлять от 10 до 30 мин. Кроме того, в случае применения относительно более активного содержащего щелочной металл основного соединения обычно предпочтительно, чтобы время пребывания было относительно коротким.

Кроме того, в случае, когда в настоящем способе поток сточной воды, полученный на стадии v), вступает в контакт с содержащим щелочной металл основным соединением, поток конденсата содержит воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержит 2-иодэтанол или 2-бромэтанол, и указанный поток предпочтительно подают на стадию v) и дегидратируют с образованием потока дегидратированного этиленгликоля и потока сточных вод. Предпочтительно в этом случае поток конденсата подают в колонну дегидратации на стадии v) в положении, которое находится выше положения, в которое подают поток этиленгликоля. Предпочтительно поток конденсата подают в положение, которое находится по меньшей мере на 1 тарелку, более предпочтительно по меньшей мере на 2 тарелки, более предпочтительно по меньшей мере на 3 тарелки, наиболее предпочтительно по меньшей мере на 5 тарелок выше положения, в которое подают поток этиленгликоля. Таким образом, предпочтительно избегают контакта между 2-хлорэтанола из потока конденсата и катализатором из потока этиленгликоля, тем самым предотвращая образование неорганического хлорида (например, хлорида калия). В указанном случае поток сточных вод содержит воду и 2-хлорэтанол и дополнительно содержит 2-иодэтанол или 2-бромэтанол. Поток сточных вод конденсируется в конденсаторе, в результате чего образуется конденсированная жидкость. Конденсированная жидкость может вступать в контакт с содержащим щелочной металл основным соединением в конденсаторе. Или поток конденсата из конденсатора может вступать в контакт с содержащим щелочной металл основным соединением, например, путем смешивания в потоке или смешивания в отдельном сосуде, предпочтительно перед разделением потока конденсата на отводимый поток и поток орошения, который направляют обратно в верхнюю часть колонны дегидратации. Смесь, полученная в результате осуществления контакта указанного потока сточных вод с содержащим щелочной металл основным соединением, содержит воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержит иодид щелочного металла или бромид щелочного металла. Последнюю смесь, в частности смесь в указанном отводимом потоке, предпочтительно сначала разделяют, например, дистилляцией, на поток, содержащий воду и 2-хлорэтанол, и поток, содержащий воду, этиленгликоль и дополнительно содержащий иодид щелочного металла или бромид щелочного металла. Последний поток предпочтительно рециркулируют и дегидратируют на стадии v). Указанный поток можно рециркулировать в колонну дегидратации на стадии v) в любом месте.

Стадия i) настоящего способа включает превращение этилена в присутствии кислорода, катализатора эпоксицирования и хлоридного замедлителя в этиленоксид в реакторе для получения этиленоксида.

Этилен реагирует с кислородом в присутствии катализатора эпоксицирования в реакторе с получением газовой композиции, содержащей этиленоксид, этилен, кислород, диоксид углерода и водяной пар. Кислород можно подавать в виде кислорода или воздуха, но предпочтительно его подают в виде кислорода. Для обеспечения возможности эксплуатации при высокой концентрации кислорода без образования горючей смеси обычно подают балластный газ, например метан или азот.

Хлоридный замедлитель применяют для контроля характеристик катализатора. Предпочтительно в настоящем изобретении хлоридный замедлитель представляет собой органическое соединение, содержащее от 1 до 4, предпочтительно от 2 до 3, более предпочтительно 2 атома углерода и один или несколько атомов хлора. Указанный хлоридный замедлитель может представлять собой монохлорэтан, дихлорэтан или винилхлорид.

Этилен, кислород, балластный газ и замедлитель предпочтительно подают в рециркулирующий газ, который подают в реактор для получения этиленоксида из абсорбера этиленоксида (предпочтительно через колонну абсорбции диоксида углерода).

Реактор для получения этиленоксида, как правило, представляет собой многотрубный реактор с неподвижным слоем. Катализатор эпоксицирования предпочтительно представляет собой тонкодисперсное серебро и, необязательно, металлы-промоторы на материале подложки, например на оксиде алюминия. Реакцию предпочтительно осуществляют при давлении более 1 МПа и менее 3 МПа и при температуре более 200°C и менее 300°C. Газовую композицию из реактора для получения этиленоксида предпочтительно охлаждают в одном или более охладителях, предпочтительно с получением пара при одном или более температурных значениях.

Загрязняющие вещества предпочтительно удаляют из газовой композиции перед ее подачей в абсорбер этиленоксида. Возможные загрязнители включают кислоты, сложные эфиры, альдегиды, ацетали и органические галогениды. Предпочтительным способом удаления загрязняющих веществ является гашение предпочтительно путем осуществления контакта газовой композиции с охлажденным рециркулирующим водным раствором. Несмотря на такую стадию, газовая композиция, подаваемая в абсорбер этиленоксида, будет содержать примеси органического хлорида, происходящие от замедлителя, применяемого в реакции каталитического окисления.

Стадия ii) настоящего способа включает абсорбцию этиленоксида водным абсорбентом и затем отгонку указанного абсорбента с получением водного потока этиленоксида.

Газовую композицию со стадии окисления подают в абсорбер этиленоксида, предпочтительно содержащий колонну из вертикально уложенных друг на друга тарелок или содержащий насадочную колонну.

Водный абсорбент подают в абсорбер этиленоксида и приводят в контакт с газовой композицией в абсорбере этиленоксида. Обычно абсорбент, подаваемый в абсорбер этиленоксида, называют обедненным абсорбентом, а поток, выходящий из абсорбера этиленоксида (содержащий абсорбированные этиленоксид, диоксид углерода и легкие фракции), называют обогащенным абсорбентом.

Подходящий обедненный абсорбент содержит по меньшей мере 50 мас.% воды. Предпочтительно обедненный абсорбент содержит по меньшей мере 80 мас.% воды.

Обогащенный абсорбент, отобранный из абсорбера, подают в отпарную колонну. Поток водного этиленоксида получают из верхней части отпарной колонны. Оставшийся абсорбент, теперь обедненный абсорбент, возвращают в абсорбер этиленоксида.

Поток водного этиленоксида из верхней части отпарной колонны обычно содержит по меньшей мере 50 мас.% этиленоксида, предпочтительно по меньшей мере 55 мас.%. В некоторых вариантах реализации применяют отпарную колонну-концентратор, в котором верхний продукт из отпарной колонны дополнительно концентрируют. В этих вариантах реализации поток водного этиленоксида может содержать по меньшей мере 95 мас.% этиленоксида. В этих вариантах реализации поток водного этиленоксида разбавляют водой перед подачей в секцию способа получения этиленгликоля из этиленоксида.

Стадия iii) настоящего способа включает преобразование водного потока этиленоксида в присутствии катализатора и диоксида углерода в реакторе карбоксилирования в поток этиленкарбоната.

На стадии iii) получения этиленкарбоната настоящего способа катализатор может представлять собой иодидный катализатор или бромидный катализатор.

Вышеупомянутый иодидный катализатор может представлять собой иодид щелочного металла или иодид фосфония или аммония. Щелочной металл в указанном иодиде щелочного металла может представлять собой любой щелочной металл и может представлять собой литий, натрий, калий, рубидий или цезий, предпочтительно литий, натрий или калий, более предпочтительно натрий или калий. Наиболее предпочтительным щелочным металлом является калий. Таким образом, наиболее предпочтительно указанный иодид щелочного металла представляет собой иодид калия. Кроме того, указанный иодид фосфония или аммония может быть выбран из группы, состоящей из иодида трибутилметилфосфония, иодида тетрабутилфосфония, иодида трифенилметилфосфония и иодида трибутилметиламмония. Предпочтительно указанный иодид фосфония или аммония представляет собой иодид трибутилметилфосфония.

Кроме того, вышеупомянутый бромидный катализатор может представлять собой бромид щелочного металла или бромид фосфония или аммония. Щелочной металл в указанном бромиде щелочного металла может представлять собой любой щелочной металл и может представлять собой литий, натрий, калий, рубидий или цезий, предпочтительно литий, натрий или калий, более предпочтительно натрий или калий. Наиболее предпочтительным щелочным металлом является калий. Таким образом, наиболее предпочтительно указанный бромид щелочного металла представляет собой бромид калия. Кроме того, указанный бромид фосфония или аммония может быть выбран из группы, состоящей из бромида трифенилпропилфосфония, бромида тетраэтиламмония, бромида тетраметиламмония, бромида бензилтриэтиламмония и бромида тетрабутиламмония.

Поток водного этиленоксида подают в секцию способа получения этиленгликоля из этиленоксида и подают в один или более реакторов карбоксилирования. Также предусмотрены диоксид углерода и поток катализатора. Потоки диоксида углерода и катализатора можно подавать в реактор (реакторы) карбоксилирования отдельно от водного потока этиленоксида. Предпочтительно потоки диоксида углерода и катализатора объединяют с потоком водного этиленоксида перед тем, как поток водного этиленоксида подают в реактор (реакторы) карбоксилирования.

Поток катализатора содержит один или более катализаторов, которые способствуют карбоксилированию и гидролизу. Если присутствует только один катализатор, то катализатор должен способствовать карбоксилированию и гидролизу. Если присутствуют два или более катализаторов, то каждый катализатор может способствовать карбоксилированию или гидролизу или может



способствовать обеим реакциям (при условии, что по меньшей мере один катализатор способствует карбоксилированию и по меньшей мере один катализатор способствует гидролизу).

В настоящем изобретении один или более катализаторов, способствующих карбоксилированию и гидролизу, являются гомогенными. Гомогенные катализаторы, известные как промоторы карбоксилирования, включают галогениды щелочных металлов, такие как иодид калия и бромид калия, и галогенированные органические соли фосфония или аммония, такие как иодид трибутилметилфосфония, иодид тетрабутилфосфония, иодид трифенилметилфосфония, бромид трифенилпропилфосфония, бромид тетраэтиламмония, бромид тетраметиламмония, бромид бензилтриэтиламмония, бромид тетрабутиламмония и иодид трибутилметиламмония. Гомогенные катализаторы, известные как промоторы гидролиза, включают основные соли щелочных металлов, такие как карбонат калия, гидроксид калия и бикарбонат калия, или металлаты щелочных металлов, такие как молибдат калия. Предпочтительные гомогенные каталитические системы содержат комбинацию иодида трибутилметилфосфония и карбоната калия и комбинацию иодида калия и карбоната калия.

Поток катализатора можно подавать в реактор карбоксилирования либо отдельно, либо после смешивания с водным потоком этиленоксида и/или  $\text{CO}_2$ . После карбоксилирования, гидролиза и дегидратации его отделяют от потока продукта в секции отделения катализатора дистилляционной колонны гликоля. По мере реализации способа согласно настоящему изобретению рециркулированный поток катализатора из секции отделения катализатора может быть возвращен на стадию карбоксилирования.

Карбоксилирование водного потока этиленоксида в присутствии диоксида углерода с получением потока этиленкарбоната происходит в одном или более реакторах карбоксилирования. Если присутствует более одного реактора, их предпочтительно размещать последовательно.

Реакторы карбоксилирования представляют собой подходящие двухфазные проточные реакторы, работающие при давлении в диапазоне от 0,8 до 3,0 МПа и температуре в диапазоне от 50 до 180°C.

Каждый реактор карбоксилирования предпочтительно будет снабжен системой рециркуляции, в которой жидкость удаляется из реактора, а затем рециркулируется на дно реактора. Рециркулирующий поток можно нагревать или охлаждать, чтобы обеспечить улучшенный контроль температуры в реакторе карбоксилирования.

В реакторах карбоксилирования может происходить некоторый гидролиз, так что поток этиленкарбоната будет содержать некоторое количество этиленгликоля.

После превращения водного потока этиленоксида в поток этиленкарбоната в одном или более реакторах карбоксилирования поток этиленкарбоната затем превращают в поток этиленгликоля в одном или более реакторах гидролиза.

Однако в предпочтительном варианте реализации способа согласно настоящему изобретению перед подачей в один или более реакторов гидролиза поток этиленкарбоната подвергают стадии отделения диоксида углерода в емкости для отделения диоксида углерода. На этой стадии диоксид углерода удаляется из потока, содержащего этиленкарбонат, и диоксид углерода затем может быть возвращен в поток диоксида углерода для подачи в реактор карбоксилирования.

Стадия iv) настоящего способа включает преобразование потока этиленкарбоната в присутствии катализатора в реакторе гидролиза в поток этиленгликоля и поток диоксида углерода, полученный на стадии iv).

На стадии гидролиза этиленкарбоната iv) способа согласно настоящему изобретению катализатор может представлять собой основную соль щелочного металла, такую как карбонат калия, гидроксид калия и бикарбонат калия, или металлат щелочного металла, такой как молибдат калия, как описано выше в отношении стадии iii). Предпочтительно катализатор гидролиза представляет собой основную соль щелочного металла, в частности карбонат калия.

Кроме того, на стадии iv) катализатор может представлять собой иодидный или бромидный катализатор. Такой иодидный или бромидный катализатор может представлять собой катализатор, описанный выше при рассмотрении стадии iii). Последний иодидный или бромидный катализатор может представлять собой один из двух или более катализаторов.

Один или более реакторов гидролиза могут представлять собой реакторы любого подходящего типа. Предпочтительно реакторы гидролиза представляют собой реакторы с перегородками. Если имеется более одного реактора гидролиза, предпочтительно, чтобы реакторы гидролиза были соединены последовательно.

В одном варианте реализации изобретения по меньшей мере один из одного или более реакторов гидролиза представляет собой реактор с перегородками, при этом реактор с перегородками имеет по меньшей мере 3, предпочтительно по меньшей мере 4 отсека, образованных внутренними перегородками, и указанные внутренние перегородки обеспечивают извилистый путь для реакционной текучей среды через реактор. Необязательно, пар вводят в реактор с перегородками.

Диоксид углерода образуется в одном или более реакторах гидролиза и отделяется от потока продукта, когда он выходит из одного или более реакторов гидролиза, в виде потока диоксида углерода. В настоящем изобретении поток диоксида углерода, полученный на стадии iv), конденсируется в

конденсаторе с образованием рециркулированного потока диоксида углерода и потока конденсата. Указанный рециркулированный поток диоксида углерода может быть возвращен в реактор карбоксилирования.

Температура в одном или более реакторах гидролиза, как правило, составляет от 100 до 200°C, предпочтительно от 100 до 180°C. Давление в одном или более реакторах гидролиза, как правило, составляет от 0,1 до 3 МПа.

Стадия v) настоящего способа включает удаление воды из потока этиленгликоля в колонне дегидратации с образованием потока дегидратированного этиленгликоля и потока сточных вод. Поток сточных вод содержит воду и 2-хлорэтанол. Кроме того, он может содержать хлорметилдиоксолан.

На стадии v) можно применять одну или более дегидратационные колонны, которые могут включать по меньшей мере одну вакуумную колонну, предпочтительно работающую при давлении менее чем 0,05 МПа, более предпочтительно менее чем 0,025 МПа и наиболее предпочтительно примерно 0,0125 МПа.

Стадия vi) настоящего способа включает очистку потока дегидратированного этиленгликоля в дистилляционной колонне гликоля с образованием потока очищенного продукта этиленгликоля и потока рециркулированного катализатора. Поток рециркулированного катализатора содержит этиленгликоль и катализатор, включая иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, и может быть возвращен в реактор карбоксилирования. На стадии vi) можно применять одну или более дистилляционных колонн гликоля.

В способе, показанном на фиг. 1, водный поток этиленоксида (1) из части способа превращения из этилена в этиленоксид, в котором применяют хлоридный замедлитель (не показан), смешивают с водой (2), потоком катализатора (19) и диоксидом углерода (3) перед подачей в реактор карбоксилирования (4). Поток водного этиленоксида (1) содержит воду, этиленоксид и 2-хлорэтанол. Поток катализатора (19) содержит иодидный катализатор (катализатор карбоксилирования) и карбонат калия (катализатор гидролиза).

Реактор карбоксилирования (4) имеет рециркуляцию (5). Поток этиленкарбоната (6), исходящий из реактора карбоксилирования (4), содержит диоксид углерода, воду, этиленкарбонат, 2-хлорэтанол, 2-иодэтанол и катализатор. Поток этиленкарбоната (6) направляют в емкость для отделения диоксида углерода (7). Избыточный диоксид углерода рециркулируют через рециркулирующий поток (8). Затем поток этиленкарбоната подают в реактор гидролиза (9), где он превращается в поток этиленгликоля (10) и поток диоксида углерода (11). Поток этиленгликоля (10) содержит воду, этиленгликоль и катализатор. Поток диоксида углерода (11) содержит диоксид углерода, воду, 2-хлорэтанол, 2-иодэтанол и этиленгликоль.

Поток диоксида углерода (11) конденсируется в конденсаторе (12) с образованием рециркулированного потока диоксида углерода и потока конденсата (13). Указанный рециркулированный поток диоксида углерода рециркулируют через рециркулирующий поток (8). Карбонат калия (содержащее щелочной металл основное соединение) подают по линии (12a) в конденсатор (12) для превращения 2-иодэтанола в иодид калия. Поток конденсата (13) содержит воду, 2-хлорэтанол, иодид калия и этиленгликоль и подается в дегидратор (14) в положении, которое находится выше положения, в которое подается поток этиленгликоля (10).

Затем поток этиленгликоля (10) и поток конденсата (13) дегидратируют в дегидраторе (14), чтобы получить поток дегидратированного этиленгликоля (15) и поток сточной воды (16). Поток дегидратированного этиленгликоля (15) содержит этиленгликоль и катализатор, включая иодид калия. Поток сточной воды (16) содержит воду и 2-хлорэтанол.

Поток дегидратированного этиленгликоля (15) очищают в дистилляционной колонне гликоля (17), чтобы получить поток очищенного продукта этиленгликоля (18) и поток рециркулированного катализатора (19). Поток рециркулированного катализатора (19) содержит катализатор, включая иодид калия, и возвращается в реактор карбоксилирования (4).

Способ, показанный на фиг. 2, аналогичен способу, показанному на фиг. 1, со следующими отличиями. Карбонат калия в конденсатор (12) не подается. Поток конденсата (13) содержит воду, 2-хлорэтанол, 2-иодэтанол и этиленгликоль и объединяется с потоком этиленгликоля (10), который содержит карбонат калия (содержащее щелочной металл основное соединение), для превращения 2-иодэтанола в иодид калия, и полученный поток этиленгликоля, содержащий воду, 2-хлорэтанол, иодид калия и этиленгликоль, подают в дегидратор (14).

Способ, показанный на фиг. 3, аналогичен способу, показанному на фиг. 1, со следующими отличиями. Карбонат калия в конденсатор (12) не подается. Поток конденсата (13) подают в емкость (13a) и приводят в контакт с карбонатом калия (содержащим щелочной металл основным соединением), который подают в емкость (13a) по линии (13b), чтобы преобразовать 2-иодэтанол в иодид калия, и полученный поток конденсата, содержащий воду, 2-хлорэтанол, иодид калия и этиленгликоль, подают в дегидратор (14) в положении, которое находится выше положения, в которое подается поток этиленгликоля (10).

Далее изобретение иллюстрируется следующими примерами.

## Примеры

Используются следующие сокращения: МЭГ - моноэтиленгликоль; ДЭГ - диэтиленгликоль; ХЭ - 2-хлорэтанол (ММ=80,51 г/моль); ИЭ - 2-иодэтанол (ММ=171,97 г/моль); КОН - гидроксид калия (содержащее щелочной металл основное соединение); КСl - хлорид калия; KI - иодид калия; мас.ч./млн - части на миллион по массе.

В эксперименте смесь продуктов реакции гидролиза, содержащую 94,7 мас.% МЭГ, 5,0 мас.% ДЭГ и 39 ммоль/кг КОН, помещали в сосуд при температуре окружающей среды. Поток конденсата, содержащий 81,3-83,0 мас.% воды, 14,2-15,9 мас.% МЭГ, 2,4 мас.% этиленкарбоната, 170-300 мас.ч./млн ХЭ и 110-160 мас.ч./млн ИЭ, смешивали в поточной линии смешивания с потоком продукта реакции гидролиза из указанного сосуда. Температура обоих указанных потоков соответствовала температуре окружающей среды. Относительные количества компонентов в потоке конденсата менялись со временем, потому что для экспериментов были сделаны разные партии потока конденсата.

Полученный смешанный поток затем подавали в дистилляционную колонну на стадии 12. Трубопровод от емкости к указанной колонне имел длину 5 м, и поток конденсата смешивался с потоком продукта реакции гидролиза в массовом соотношении 1:10 в точке, которая находилась на расстоянии 4 м до входа в колонну, в результате чего время пребывания в трубопроводе составляло примерно 60 мин. В последнем метре перед входом в колонну смешанный поток нагревали с помощью обогрева трубопровода до 60°C. Указанная дистилляционная колонна представляла собой стеклянную дистилляционную колонну Oldershaw с 15 теоретическими тарелками. Нумерация тарелок начинается снизу колонны. В колонне нижняя температура составляла 137°C, а нижнее давление составляло 110 мбар абс. (82 торр). Температурный профиль в колонке был следующим: нижняя: 137°C; тарелка 4: 106°C; тарелка 8: 62°C; тарелка 12: 52°C; верхняя: 47°C. Дистилляция в колонне приводит к получению верхнего и нижнего водных потоков. Нижний поток рециркулировали в вышеупомянутую емкость. Указанный нижний поток охлаждался во время перетекания в указанную емкость.

Верхний поток из дистилляционной колонны содержал воду, 100-400 мас.ч./млн МЭГ, 300-320 мас.ч./млн ХЭ и 10-20 мас.ч./млн ИЭ. Нижний поток из дистилляционной колонны не содержал ХЭ и ИЭ, но содержал МЭГ, KI, количество которого увеличивалось со временем от 0 до 2,5 ммоль/кг (измерено титрованием как иодид-ион I<sup>-</sup>), КОН, количество которого уменьшалось со временем от 39 до 10 ммоль/кг, и КСl, количество которого увеличивалось со временем от 0 до 2,2 ммоль/кг (измерено титрованием как хлорид-ион Cl<sup>-</sup>).

Общая продолжительность эксперимента составляла 840 ч, и ежедневно отбирали и анализировали пробы из указанных верхних и нижних потоков. В таблице ниже включены экспериментальные результаты в ходе способа в течение 792 ч.

	Поток конденсата	Верхний поток
Общий расход (г/ч)	15,1	13,5
Количество ХЭ (мас.ч./млн)	287	307
Расход ХЭ (ммоль/ч) = А	0,054	0,052
Количество ИЭ (мас.ч./млн)	110	12,7
Расход ИЭ (ммоль/ч) = В	0,0096	0,0010
% ХЭ в верхнем потоке $[100 \times A_{\text{верх}} / A_{\text{конд}}]$		96,2%
% ИЭ в верхнем потоке $[100 \times B_{\text{верх}} / B_{\text{конд}}]$		10,4%

Удивительно, но результаты в таблице выше показывают, что относительно большая часть (96,2%) ХЭ, подаваемого в способ, покидала способ через верхний поток из дистилляционной колонны, тогда как только относительно небольшая часть (10,4%) подаваемого ИЭ покидала способ через указанный верхний поток. Это означает, что, поскольку нижний поток из дистилляционной колонны не содержал ИЭ, относительно большая часть (89,6%) подаваемого ИЭ была преимущественно преобразована в МЭГ и KI путем осуществления контакта и взаимодействия с КОН. Действительно, как описано выше, указанный нижний поток содержит увеличивающееся количество KI и уменьшающееся количество КОН.

Таким образом, эти эксперименты продемонстрировали, что неожиданно большая часть ИЭ прореагировала с КОН с образованием KI и дополнительного МЭГ, о чем свидетельствует (i) относительно небольшое количество ИЭ в верхнем потоке и (ii) увеличение количества KI и уменьшение количества КОН в нижнем потоке. Напротив, преимущественно, большая часть ХЭ удалялась из способа через указанный верхний поток и поэтому не превращалась в КСl. Указанный KI можно рециркулировать и преимущественно применять в качестве катализатора при карбоксилировании (получении этиленкарбоната) и/или гидролизе (получении МЭГ).

## ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Способ получения этиленгликоля из этилена, включающий следующие стадии:

- i) преобразование этилена в присутствии кислорода, катализатора эпоксицирования и хлоридного замедлителя в этиленоксид в реакторе для получения этиленоксида;
  - ii) абсорбцию этиленоксида водным абсорбентом и затем отгонку указанного абсорбента с получением водного потока этиленоксида;
  - iii) преобразование водного потока этиленоксида в присутствии катализатора и диоксида углерода в реакторе карбоксилирования в поток этиленкарбоната;
  - iv) преобразование потока этиленкарбоната в присутствии катализатора в реакторе гидролиза в поток этиленгликоля и поток диоксида углерода;
  - v) удаление воды из потока этиленгликоля в колонне дегидратации с образованием потока дегидратированного этиленгликоля и потока сточной воды;
  - vi) очистка потока дегидратированного этиленгликоля в дистилляционной колонне гликоля с образованием потока очищенного продукта этиленгликоля и рециркулируемого потока катализатора;
- при этом на стадии iii) и/или на стадии iv) катализатор представляет собой иодидный катализатор или бромидный катализатор;
- при этом поток диоксида углерода, полученный на стадии iv), содержит диоксид углерода, воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержит 2-иодэтанол или 2-бромэтанол и конденсируется в конденсаторе с образованием рециркулируемого потока диоксида углерода и потока конденсата; и
- поток диоксида углерода, полученный на стадии iv), или поток конденсата, или поток сточных вод, полученный на стадии v), приводят в контакт с содержащим щелочной металл основным соединением для преобразования 2-иодэтанола или 2-бромэтанола в иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, и полученную смесь, содержащую воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержащую иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, дегидратируют.

2. Способ по п.1, отличающийся тем, что температура во время осуществления контакта потока диоксида углерода, полученного на стадии iv), или потока конденсата, или потока сточной воды, полученного на стадии v), с содержащим щелочной металл основным соединением составляет от 20 до 200°C, предпочтительно от 40 до 170°C, более предпочтительно от 50 до 150°C.

3. Способ по п.1 или 2, отличающийся тем, что период времени осуществления контакта потока диоксида углерода, полученного на стадии iv), или потока конденсата, или потока сточной воды, полученного на стадии v), с содержащим щелочной металл основным соединением составляет от 0,1 с до 5 ч, предпочтительно от 0,5 с до 2 ч, более предпочтительно от 1 до 30 мин.

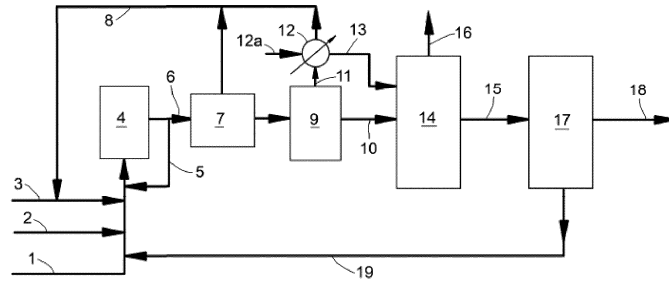
4. Способ по любому из пп.1-3, отличающийся тем, что поток диоксида углерода, полученный на стадии iv), приводят в контакт в конденсаторе с содержащим щелочной металл основным соединением, и поток конденсата, содержащий воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержащий иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, дегидратируют.

5. Способ по п.4, отличающийся тем, что поток конденсата дегидратируют на стадии v) и подают в колонну дегидратации в положении, которое находится выше положения, в которое подают поток этиленгликоля.

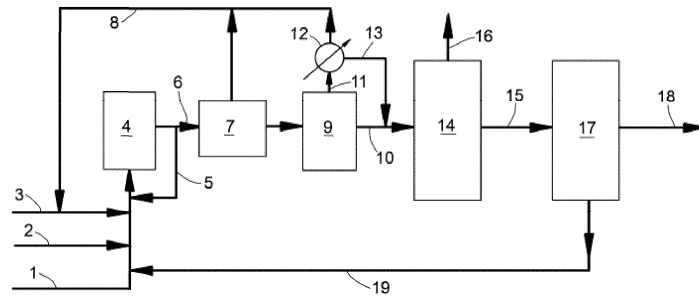
6. Способ по любому из пп.1-3, отличающийся тем, что поток этиленгликоля содержит содержащее щелочной металл основное соединение, а поток конденсата содержит воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержит 2-иодэтанол или 2-бромэтанол и вступает в контакт с потоком этиленгликоля, и полученный поток этиленгликоля, содержащий воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержащий иодид щелочного металла или бромид щелочного металла, подают на стадию v) и дегидратируют.

7. Способ по любому из пп.1-3, отличающийся тем, что поток конденсата содержит воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержит 2-иодэтанол или 2-бромэтанол и вступает в контакт с содержащим щелочной металл основным соединением, и полученный поток конденсата, содержащий воду, 2-хлорэтанол и этиленгликоль и дополнительно содержащий йодид щелочного металла или бромид щелочного металла, дегидратируют.

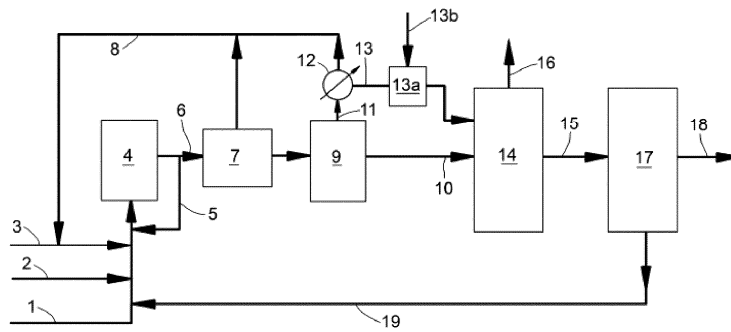
8. Способ по п.7, отличающийся тем, что полученный поток конденсата дегидратируют на стадии v) и подают в колонну дегидратации в положении, которое находится выше положения, в которое подают поток этиленгликоля.



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3

