

(19)



**Евразийское
патентное
ведомство**

(11) **044604**

(13) **B1**

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

(45) Дата публикации и выдачи патента
2023.09.14

(21) Номер заявки
202390601

(22) Дата подачи заявки
2021.08.12

(51) Int. Cl. **B01D 3/14** (2006.01)
B01D 19/00 (2006.01)
C07C 7/04 (2006.01)
C07C 7/08 (2006.01)
C07C 1/20 (2006.01)
C07C 29/10 (2006.01)
C07C 29/58 (2006.01)
C07C 29/80 (2006.01)
C07C 41/06 (2006.01)
C07C 41/42 (2006.01)

(54) **ОТПАРИВАНИЕ КИСЛОРОДА В ЭТЕРИФИКАЦИИ, РАЗЛОЖЕНИИ ЭФИРОВ И
ПРОИЗВОДСТВЕ ИЗООКТЕНА**

(31) **63/066,551**

(32) **2020.08.17**

(33) **US**

(43) **2023.04.07**

(86) **PCT/US2021/045653**

(87) **WO 2022/040000 2022.02.24**

(71)(73) Заявитель и патентовладелец:
ЛАММУС ТЕКНОЛОДЖИ ЭлЭлСи
(US)

(72) Изобретатель:
Барнас Роузетт, Корпелшок Морис,
Скотт Майкл Джон, Шварц Эрик
Артур, Джамал Шахид (US)

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

(56) **US-A1-20180194644**
US-A1-20200048160
US-A1-20100101415
US-A1-20020017480
US-B2-7138557

(57) Процесс подачи деаэрированной воды на химическую установку, которая включает в себя ректификационную колонну для разделения выходного потока реакции, содержащего воду и продукт. Процесс включает в себя загрузку ректификационной колонны аэрированной водой (имеющей содержание кислорода более 50 мас.ч. на миллиард, например более 1 мас.ч. на миллион). Аэрированная вода в ректификационной колонне может быть затем дистиллирована для получения кислородсодержащего верхнего погона и тяжелой фракции, содержащей деаэрированную воду. Деаэрированная вода в тяжелой фракции может транспортироваться к предшествующему или последующему блоку оборудования для использования. Выходной поток реакции подается в ректификационную колонну, в результате чего ректификационная колонна переходит от отделения кислорода от воды к операциям выделения продукта из воды.

B1

044604

044604

B1

Уровень техники

Попадание кислорода в различные химические операции может быть проблематичным. В дополнение к образованию нежелательных побочных продуктов кислород может также приводить к коррозии трубопроводов и другого оборудования. Чтобы справиться с ожидаемой коррозией, обычно модернизируют металлургию, связанную с установками, что увеличивает капитальные затраты.

Кислород может попадать в химическую установку из различных источников, включая водоснабжение. Для предотвращения попадания кислорода многие установки включают в себя систему деаэрации воды. К сожалению, было обнаружено, что химические инъекции, используемые в таких системах деаэрации, влияют на производительность различных последующих систем. Например, химические вещества для деаэрации могут отрицательно влиять на характеристики катализаторов этерификации, таких как те, которые могут использоваться в процессе производства метил-трет-бутилового эфира (МТБЕ).

Сущность изобретения

Варианты осуществления в настоящем документе предлагают системы и способы, чтобы избежать негативных последствий попадания кислорода и химикатов для деаэрации.

В одном аспекте варианты осуществления в настоящем документе относятся к процессу подачи деаэрированной воды на химическую установку, которая включает в себя ректификационную колонну для разделения выходного потока реакции, содержащего воду и продукт. Процесс включает в себя обеспечение ректификационной колонны азрированной водой (имеющей содержание кислорода более 50 мас.ч. на миллиард, например более 1 мас.ч. на миллион). Азрированная вода в ректификационной колонне может быть затем дистиллирована для получения кислородсодержащего верхнего погона и тяжелой фракции, содержащей деаэрированную воду. Деаэрированная вода в тяжелой фракции может транспортироваться к предшествующему или последующему блоку оборудования для использования. Выходной поток реакции подается в ректификационную колонну, в результате чего ректификационная колонна переходит от отделения кислорода от воды к операциям выделения продукта из воды.

В другом аспекте варианты осуществления в настоящем документе относятся к способу запуска системы для производства метил-трет-бутилового эфира (МТБЕ). Система для производства МТБЕ может включать в себя, среди других компонентов, реактор этерификации, реактор каталитической дистилляции для этерификации, экстракционную колонну и ректификационную колонну. Линии потока могут быть предусмотрены для подачи метанола и смешанного потока C_4 , содержащего изобутен и другие олефиновые и/или парафиновые C_4 , в реактор этерификации, реагирования изобутена и метанола для получения потока неочищенного МТБЕ, содержащего МТБЕ, непрореагировавший изобутен, непрореагировавший метанол и другие олефиновые и/или парафиновые C_4 . Реактор каталитической дистилляции может быть сконфигурирован для одновременного (i) реагирования непрореагировавшего изобутена и метанола с образованием дополнительного МТБЕ и (ii) разделения сырого МТБЕ для извлечения тяжелой фракции, содержащей МТБЕ, и фракции верхнего погона, содержащей метанол и другие олефиновые и/или парафиновые C_4 . Экстракционная колонна может быть сконфигурирована для экстракции непрореагировавшего метанола водой с получением фракции рафината C_4 , содержащей другие олефиновые и/или парафиновые C_4 , а также фракции экстракта, содержащей воду и метанол. Кроме того, ректификационная колонна может быть сконфигурирована для разделения фракции экстракта для извлечения фракции верхнего погона, содержащей метанол, и тяжелой фракции, содержащей воду. Способ запуска системы для производства МТБЕ может включать в себя обеспечение ректификационной колонны азрированной водой (имеющей содержание кислорода более 50 мас.ч. на миллиард, например более 1 мас.ч. на миллион), дистилляцию азрированной воды в ректификационной колонне для получения кислородсодержащего верхнего погона и тяжелой фракции, содержащей деаэрированную воду, содержащую менее 15 мас.ч. на миллиард кислорода, и подачу деаэрированной воды тяжелой фракции в экстракционную колонну. Обеспечение азрированной водой, дистилляция и подача деаэрированной воды повторяются до тех пор, пока экстракционная колонна и ректификационная колонна не будут полностью обеспечены деаэрированной водой. После этого процесс включает в себя запуск реактора и реактора каталитической дистилляции и подачу фракции верхнего погона, содержащей метанол и другие олефиновые и/или парафиновые C_4 , в экстракционную колонну с получением фракции рафината C_4 и фракции экстракта, содержащей воду и метанол. Фракция экстракта подается в ректификационную колонну для отделения метанола от воды.

В некоторых вариантах осуществления повторение содержит непрерывную подачу воды и дистилляцию с рециркуляцией воды из экстракционной колонны в ректификационную колонну до тех пор, пока вода не будет деаэрирована.

В других вариантах осуществления повторение содержит периодическую подачу воды и дистилляцию в ректификационной колонне и периодическую подачу деаэрированной воды в экстракционную колонну. При периодической работе способ может также включать в себя накопление некоторого объема деаэрированной воды в кубе ректификационной колонны.

В различных вариантах осуществления ректификационная колонна может также включать в себя систему конденсации верхнего погона. Способ дополнительно включает в себя извлечение из ректификационной колонны фракции верхнего погона, содержащей водяной пар и кислород, ее охлаждение для

конденсации по меньшей мере части воды, формирование охлажденной фракции верхнего погона, подачу охлажденной фракции верхнего погона в верхний барабан, накапливание жидкой водной фракции и фракции пара, содержащей кислород, извлечение фракции пара из верхнего барабана и подачу жидкой водной фракции в ректификационную колонну в качестве флегмы. Жидкая водная фракция может подаваться в ректификационную колонну в качестве полной флегмы. В некоторых вариантах осуществления азот может подаваться в верхний барабан, в котором фракция пара содержит азот и кислород. Различные варианты осуществления также включают в себя измерение содержания кислорода в тяжелой фракции.

Краткое описание чертежей

Фиг. 1 представляет собой упрощенную схему процесса производства метил-трет-бутилового эфира (МТБЕ) в соответствии с вариантами осуществления, раскрытыми в настоящем документе.

Фиг. 2 представляет собой упрощенную схему процесса производства изобутена и/или изооктена в соответствии с вариантами осуществления, раскрытыми в настоящем документе.

Фиг. 3 представляет собой упрощенную схему процесса экстракции с системой ректификации, полезного в таких процессах, как проиллюстрировано на фиг. 1 и 2.

Подробное описание

Деаэрированная вода необходима в различных химических процессах. В одном примере деаэрированная вода может использоваться в процессе производства метил-трет-бутилового эфира (МТБЕ). В другом примере деаэрированная вода может использоваться в процессе преобразования МТБЕ в изооктен. Варианты осуществления в настоящем документе относятся к способам и системам для эффективно обеспечения деаэрированной водой этих и других различных химических процессов, для которых может потребоваться подача деаэрированной воды.

Процессы, которые могут извлечь выгоду из вариантов осуществления в настоящем документе, могут включать в себя те, которые имеют ректификационную колонну, обычно используемую для разделения смеси, такой как сырьевой поток или выходящий поток реакции, который включает воду и один или несколько продуктов, побочных продуктов, промежуточных продуктов или рециркулирующий компонент. В отличие от системы химической деаэрации, в вариантах осуществления настоящего изобретения для получения деаэрированной воды для подачи и использования в системе химического процесса используется ректификационная колонна.

Создание подачи деаэрированной воды может быть выполнено во время запуска общего химического процесса и может включать в себя первоначальную загрузку ректификационной колонны аэрированной водой. Используемый в настоящем документе термин "аэрированная вода" может относиться к воде с содержанием кислорода более 50 мас.ч. на миллиард. Некоторые источники воды могут содержать, например, 10 мас.ч. на миллион кислорода или больше.

После загрузки ректификационной колонны аэрированная вода в ректификационной колонне может быть дистиллирована для получения кислородсодержащих верхних погонов и нижней фракции, состоящей из деаэрированной воды. Деаэрированная вода может содержать менее 15 мас.ч. на миллиард кислорода, например от менее 1 мас.ч. на миллиард до не более 10 мас.ч. на миллиард кислорода.

Деаэрированная вода в нижней фракции может быть затем транспортирована к предшествующему или последующему блоку. По мере продолжения запуска и начала нормальной работы химической установки процесс может включать в себя использование деаэрированной воды в работе предшествующего или последующего блока, в операциях по дальнейшему производству смеси, включающей воду и один или более продуктов, побочных продуктов, промежуточных продуктов или рециркулирующего компонента, который подается в ректификационную колонну. Ректификационная колонна затем может быть переведена в нормальный режим работы, в котором она отделяет воду от одного или более продуктов, побочных продуктов, промежуточных продуктов или рециркулирующего компонента.

Ректификационная колонна в некоторых вариантах осуществления может включать в себя систему конденсации верхнего погона. В таких вариантах осуществления процесс может дополнительно включать в себя во время запуска подачу деаэрированной воды путем извлечения фракции верхнего погона из ректификационной колонны. Фракция верхнего погона, извлекаемая из ректификационной колонны, может содержать водяной пар и кислород. Фракция верхнего погона может затем охлаждаться, чтобы конденсировать по меньшей мере часть воды, формируя охлажденную верхнюю фракцию, которая может подаваться в верхний барабан. В верхнем барабане жидкая водная фракция может отделяться от фракции пара, включающей кислород, и жидкая вода может накапливаться. Фракция пара, содержащая кислород, может быть извлечена из верхнего барабана через вентиляционное отверстие. Жидкая водная фракция может подаваться в ректификационную колонну в качестве флегмы. Извлекаемая фракция пара таким образом удаляет кислород из воды, циркулирующей через ректификационную колонну, уменьшая содержание кислорода в воде, включая воду в нижней части ректификационной колонны или накапливаемую в кубе ректификационной колонны.

В некоторых вариантах осуществления в верхний барабан может подаваться азот. В таких вариантах осуществления фракция пара, извлекаемая из верхнего барабана, может включать в себя как азот, так и кислород. Азот может действовать как продувочный газ для удаления кислорода. Кроме того, азот может использоваться для поддержания в ректификационной колонне давления выше атмосферного во

время производства деаэрированной воды, во время нормальной работы или в обоих случаях.

Для обеспечения того, чтобы вода была достаточно деаэрирована перед подачей или использованием в установках, расположенных выше или ниже по потоку, варианты осуществления настоящего изобретения могут включать в себя измерение содержания кислорода в кубовой фракции. Вода в нижней части ректификационной колонны, циркулирующая через кипятильник ректификационной системы, или накапливающаяся/циркулирующая из куба ректификационной системы, может быть отобрана для измерения содержания кислорода в воде. Варианты осуществления в настоящем документе дополнительно предусматривают оперативное измерение содержания кислорода в воде в различных точках системы для проверки того, что вода достаточно деаэрирована.

Как было описано выше, варианты осуществления настоящего изобретения предусматривают использование технологического оборудования для обеспечения начального пускового количества деаэрированной воды. Предварительно деаэрированная свежая или добавочная вода также может подаваться в ректификационную колонну. В тех случаях, когда может потребоваться добавочная деаэрированная вода для операций установки выше или ниже по потоку, объем куба может быть больше, чем объем, необходимый для типичной операции дистилляции, чтобы обеспечить приток и обработку свежей или добавочной воды.

Вышеописанные процедуры запуска для получения деаэрированной воды можно успешно использовать, например, в системе для производства МТВЕ. Процесс этерификации может включать в себя, например, систему промывки водой в качестве формы предварительной обработки питания, а также экстракцию спирта водой. Вода, требуемая для такой системы, может быть деаэрированной водой, и таким образом процесс получения деаэрированной воды, описанный выше, может быть использован для загрузки деаэрированной воды в систему.

Упрощенная технологическая схема системы для производства МТВЕ показана на фиг. 1. Смешанный поток C_4 , содержащий изобутен, может подаваться по линии 1. При желании или необходимости смешанные C_4 могут быть промыты водой 2 в промывочной колонне 3 для удаления любых нежелательных примесей. Промывочная вода может быть извлечена через поток 4, а промытые C_4 могут быть извлечены через поток 5.

Промытые C_4 5 и метанол 6 могут быть объединены и поданы в реактор 9 нисходящего потока с неподвижным слоем катализатора этерификации, такого как кислая катионообменная смола. В реакторе 9 большая часть изобутена может реагировать с метанолом с образованием МТВЕ.

Поток, выходящий из реактора нисходящего потока с неподвижным слоем, содержащий МТВЕ, метанол и непрореагировавшие C_4 , извлекается по линии 10 и подается в нижнюю часть реактора 11 ректификационной колонны. Нижняя часть реактора ректификационной колонны содержит стандартную структуру дистилляции, такую как инертная насадка, ситчатые или колпачковые тарелки. В этой секции, секции дистилляции, МТВЕ извлекается и отбирается в виде кубового остатка по линии 12.

Верхняя часть реактора ректификационной колонны содержит структуру каталитической дистилляции, и дополнительная обычная структура дистилляции может быть помещена выше реакционной зоны дистилляции. Непрореагировавшие метанол и C_4 выпариваются в реакционной зоне 22 дистилляции, где большая часть остатка изобутена превращается в МТВЕ, который одновременно переходит в более тяжелую фракцию и, наконец, удаляется как продукт 12. Непрореагировавшие метанол, C_4 и инертные вещества отбираются сверху по линии 13 и направляются в колонну 14 экстракции метанола.

В колонне 14 экстракции метанола смесь метанола и C_4 контактирует с экстрагентом, таким как вода или содержащая воду смесь, для поглощения метанола. Рафинат C_4 , обедненный изобутином, может быть выделен из колонны экстракции метанола в виде верхнего погона 15. Экстрагент, включающий метанол и воду, может быть извлечен через нижний поток 15 и подан в колонну 17 извлечения метанола.

Колонна 17 извлечения метанола может быть использована для отделения метанола от экстрагента. Метанол может быть извлечен в виде фракции 8 верхнего погона, которая может быть возвращена в реактор 9 этерификации, например для непрерывного преобразования метанола. Экстрагент может быть извлечен из колонны извлечения метанола в виде нижней фракции 18, которая может рециркулировать для использования в качестве экстрагента в колонне экстракции метанола.

В то время как выше описана единственная колонна 17 извлечения метанола, также возможны варианты осуществления, использующие более сложные способы извлечения продуктового потока метанола высокой чистоты. Такие способы могут включать в себя несколько ректификационных колонн, ректификационные колонны с разделительными стенками и другие системы для отделения метанола от воды.

Как описано со ссылкой на фиг. 1, вода используется в колонне 3 промывки водой, колонне 14 экстракции метанола и колонне 17 извлечения метанола. Таким образом, вышеописанные процедуры запуска могут быть успешно использованы для загрузки системы деаэрированной водой.

Вышеописанные процедуры запуска для получения деаэрированной воды также могут быть успешно использованы в системе для производства изобутена или изооктена высокой чистоты, например, из МТВЕ. Изобутен в смешанном потоке бутенов может реагировать со спиртом, таким как метанол, с образованием МТВЕ, как описано выше. После отделения от нормальных бутенов МТВЕ затем может диссоциировать с образованием изобутена и метанола, что позволяет извлекать поток изобутена высокой

чистоты. Такая стадия может также обеспечить отделение 1-бутена от 2-бутена в оставшихся непрореагировавших C_4 . Затем поток высокочистого изобутена может быть селективно димеризован, например, с образованием изооктена или может быть тримеризован, олигомеризован или иным образом использован в качестве исходного сырья в различных химических процессах. Упрощенная технологическая схема превращения МТВЕ в изобутен или изооктен высокой чистоты представлена на фиг. 2.

Неочищенный МТВЕ 21 вводится в колонну 25 фракционирования с разделительными стенками. Неочищенный МТВЕ 21 может быть получен, как описано со ссылкой на фиг. 1, из смесей изобутиновых олефинов C_4 , таких как фракции C_4 из установок парового крекинга или установок FCC. Неочищенный МТВЕ может также включать в себя метанол, вторичный бутиловый спирт (SBA), трет-бутиловый спирт (ТВА), 2-метоксибутан (MSBE), диизобутилен, трет-амилметиловый эфир (ТАМЕ) и другие высококипящие компоненты.

В некоторых вариантах осуществления поток 21 неочищенного МТВЕ может включать в себя 94-97 мас.% МТВЕ, например 95,9 мас.% МТВЕ. Поток 21 неочищенного МТВЕ может также содержать небольшие количества сильно ненасыщенных соединений, таких как 1,3-бутадиен, транс-1,3-пентадиен, цис-1,3-пентадиен, 2-метил-1,3-бутадиен и др. Поток питания может дополнительно содержать сырой МТВЕ из предшествующей реакционной зоны этерификации и дополнительный поток питания МТВЕ. Такие дополнительные потоки питания МТВЕ могут поступать с другого производства, OSBL, предшествующей системы разделения или из других источников.

Поток 21 МТВЕ может вводиться в колонну 25 в промежуточной точке. Поток 22 легких углеводородов может отводиться в виде верхнего погона из колонны 25, и боковой поток 23 также может отводиться из колонны 25. Часть потока 22 легких углеводородов может возвращаться в верхнюю часть колонны 25 в качестве флегмы. Поток 22 легких углеводородов может быть смесью МТВЕ, метанола, воды и сильно ненасыщенных соединений. Боковой поток может быть потоком МТВЕ более высокой чистоты по сравнению с потоком 21 питания МТВЕ. Боковой поток может дополнительно включать в себя одну или более примесей, присутствующих в потоке питания. Поток 24 тяжелых углеводородов может отводиться в виде тяжелой фракции из колонны 25 с разделительными стенками. Поток 24 тяжелых углеводородов может быть смесью МТВЕ, трет-бутилового спирта (ТВА), 2-метоксибутана (MSBE) и высших олефинов.

Колонна 25 фракционирования может функционировать при температурах от приблизительно $45^{\circ}C$ до приблизительно $130^{\circ}C$ и давлениях от приблизительно 0,1 до приблизительно 5 бар изб. Очистка МТВЕ 21 обеспечивает боковой поток (МТВЕ) 23, содержащий приблизительно 99,5 мас.% МТВЕ или больше, например 99,8 мас.% МТВЕ или 99,9 мас.% МТВЕ. Боковой поток МТВЕ может быть получен с помощью фракционной дистилляции во фракционной системе 25 путем разделения МТВЕ 21 на легкие углеводороды 22, содержащие МТВЕ, метанол, воду и другие низкокипящие компоненты, и тяжелые углеводороды 24, содержащие олигомеры бутилена, ТВА, и другие высококипящие компоненты, с одновременным отбором побочного потока 23 высокочистого МТВЕ.

Для получения изобутена побочный поток 23 МТВЕ можно направить в реактор 26 для производства изобутена. Реактор 26 разлагает высокочистый МТВЕ 23 и производит поток 27 сырого изобутена, содержащий изобутен, метанол и непрореагировавший МТВЕ. В некоторых вариантах осуществления реактор 26 включает в себя неподвижный слой, работающий при температурах реакционного слоя в диапазоне от приблизительно 90 до приблизительно $160^{\circ}C$, в других вариантах осуществления от приблизительно 120 до приблизительно $150^{\circ}C$. Высокочистый МТВЕ 23 может подаваться при температуре на входе от приблизительно 110 до приблизительно $150^{\circ}C$ в некоторых вариантах осуществления и от приблизительно 115 до приблизительно $145^{\circ}C$ в других вариантах осуществления. Реактор 26 может иметь LHSV (часовую объемную скорость жидкости) в диапазоне от приблизительно 7 до приблизительно 35, или от приблизительно 10 до приблизительно 30, или от приблизительно 14 до приблизительно 25. Реактор 26 может иметь перепад давления на упомянутом неподвижном слое в диапазоне от приблизительно 0,5 до приблизительно 50 фунт/кв.дюйм изб. при реакционном давлении от приблизительно 0,5 до приблизительно 4 атм.

Поток 27 сырого изобутена направляется на очистку продукта. Сырой изобутен 27 можно направить в экстракционную колонну 28 для извлечения метанола и непрореагировавшего МТВЕ из изобутена. В экстракционной колонне 28 используется экстрагент 29, подаваемый противотоком к сырому изобутену 7, в результате чего производится промытый выходной поток 30 реактора в виде верхнего погона и кубовый продукт 31. Промытый выходной поток 30 реактора, который может включать в себя изобутен, МТВЕ и остаточные легкие компоненты, может подаваться в систему 32 фракционирования изобутена, а кубовый продукт 31, который может включать в себя воду, метанол, МТВЕ и остаточные тяжелые компоненты, может подаваться в систему 33 фракционирования метанола. Экстрагент 29 может быть водой или другим подходящим экстрагентом, используемым для отделения метанола от изобутена. Свежий экстрагент 29 может подаваться в экстракционную колонну 28. Однако, когда в качестве экстрагента используется вода, может быть целесообразно подавать подпиточную или свежую воду в систему 33 фракционирования метанола, чтобы деаэрировать добавляемую воду в системе фракционирования перед

использованием выше по потоку в экстракционной колонне или в другом месте в процессе.

В различных вариантах осуществления по меньшей мере часть сырого изобутена 27 может быть возвращена в первую систему 25 фракционирования в виде дополнительной флегмы, отобрана в виде продукта и/или объединена с тяжелыми углеводородами 24 и отправлена потребителям как побочный продукт.

Для извлечения изобутена способ может включать в себя введение промытого потока 30, выходящего из реактора, в систему 32 фракционирования изобутена. Промытый выходной поток 30 реактора может вводиться в промежуточной точке колонны 32 фракционирования изобутена. Верхний погон 34 легких фракций может быть отведен из колонны 32 фракционирования изобутена на ее верхнем конце или рядом с ним и может быть сброшен или возвращен в систему 32 фракционирования изобутена в виде флегмы. Боковой поток высокочистого изобутена 36 может быть отведен из промежуточной точки колонны 32 фракционирования изобутена для использования в последующих процессах, таких как димеризация до изооктена, или может быть извлечен

как продукт и отправлен потребителям. Такой поток высокочистого изобутена может иметь чистоту изобутена 95, 97, 98, 99, 99,5, 99,6, 99,7, 99,8 или даже 99,85 мас.%. Изобутиновая колонна 32 может также производить кубовый продукт 35, который может быть смесью изобутена, МТВЕ и/или воды и может быть возвращен в систему 25 фракционирования. Изобутиновая колонна 32 может функционировать при температурах от приблизительно 45 до приблизительно 150°C и давлениях от приблизительно 3 до приблизительно 15 бар изб.

Для извлечения/очистки метанольного продуктового потока кубовый продукт 31 из экстракционной колонны 28 может подаваться в промежуточную точку системы 33 фракционирования метанола. Система фракционирования метанола может представлять собой ряд ректификационных колонн, таких как колонна с метанольным верхним продуктом, за которой следует колонна с метанольным нижним продуктом, или может быть колонной с разделительной стенкой. Система 33 фракционирования метанола может обеспечивать высокочистый метанольный продукт 37, отводимый как боковой поток из промежуточной точки метанольной колонны 33, нижний поток 38 и верхний поток 39. Легкий верхний поток 39 может содержать метанол и другие легкие компоненты и может сбрасываться или возвращаться в систему 33 фракционирования метанола в виде флегмы. Нижний поток 38 может включать в себя воду, ТВА, МТВЕ и/или метанол. Нижний поток 38 может быть возвращен в экстракционную колонну 28 или в систему 25 фракционирования. Метанольная колонна 33 может функционировать при температурах от приблизительно 45 до приблизительно 180°C и давлениях от приблизительно 01 до приблизительно 5 бар изб.

Как проиллюстрировано и описано со ссылками на фиг. 1 и 2, каждая система может использовать подачу деаэрированной воды и каждая система включает в себя ректификационную колонну для отделения воды от углеводорода (система 17 фракционирования метанола на фиг. 1; система 33 фракционирования метанола на фиг. 2). Процедуры запуска для соответствующих систем могут таким образом обеспечивать деаэрированную воду, которая может потребоваться для всей системы или для отдельных ее частей с использованием ректификационной колонны, обычно используемой для отделения воды от углеводорода во время нормального функционирования.

На фиг. 3 показана упрощенная схема экстракционной колонны 14 и ректификационной колонны 17, используемых в процессе производства МТВЕ. Перед запуском реакторной секции колонна 17 извлечения спирта может быть сначала загружена деминерализованной водой через линию 40 подачи воды. Обычно доступная деминерализованная вода может содержать, например, 10 мас.ч. на миллион кислорода, что намного выше желаемого. Куб (область сбора в нижней части колонны) может быть заполнен деминерализованной водой, например, до уровня 80%. В этот момент колонна готова к пуску пара в кипятильник и т.д.

Когда вода начинает перегоняться, включается также верхний конденсатор 42. В это время, когда вода начинает конденсироваться наверху, свежая деминерализованная вода непрерывно подается в куб для поддержания уровня жидкости. Также в этот момент вода накапливается в верхнем барабане 44. Вентиляционный клапан (не показан) на вентиляционной линии 46 может быть открыт для выпуска кислорода и других паров из барабана. Вентиляционная линия 46, которая обычно соединяется с факелом, может иметь другую линию с выпуском в безопасное место, в том числе в атмосферу, поскольку выбрасываемый в это время пар представляет собой только водяной пар и кислород. Вентиляционный клапан постепенно открывается по мере того, как вода в барабане начинает накапливаться (конденсироваться). Когда вода в барабане 44 достигает достаточного уровня, такого как приблизительно 30%, насос для флегмы может запускаться с минимальным расходом. По мере того, как уровень в барабане 44 продолжает расти, и при сохранении уровня в кубе колонны 17, открывается обратный клапан колонны, чтобы начать операцию полного орошения, причем флегма подается по линии 48.

По мере продолжения операции деаэрации выпускной клапан барабана остается частично открытым, при этом давление в верхней части колонны поддерживается на уровне приблизительно 1 бар изб. Давление в колонне может поддерживаться, а кислород может удаляться из системы, например, путем

введения азота через линию 50.

После периода дистилляции воды, который может составлять от 20 или 30 мин до 2 ч работы, может быть взят первоначальный образец воды для определения уровня кислорода, оставшегося в воде. Пробы воды можно брать, например, из системы верхнего погона, например из линии 48, или из кубовой линии, такой как вода, циркулирующая через кипятильник, или из кубовой линии 18. Деаэрация воды может продолжаться до тех пор, пока не будет достигнуто требуемое содержание кислорода в воде. Как только будет достигнуто требуемое содержание кислорода в воде, подача пара в кипятильник может быть уменьшена, а нижняя часть колонны извлечения спирта может быть открыта для направления деаэрированной воды в экстракционную колонну 14 до тех пор, пока жидкость в колонне извлечения спирта не достигнет своего самого низкого уровня. Когда уровень жидкости в колонне извлечения спирта достигнет самого низкого уровня, нижний клапан может быть закрыт, чтобы остановить поток отпарной воды в экстракционную колонну 14. Эти стадии могут повторяться до тех пор, пока не будет достигнут рабочий уровень деаэрированной воды в экстракционной колонне и колонне извлечения спирта.

Как описано со ссылкой на фиг. 3, процесс деаэрации воды может проводиться периодически для загрузки экстракционной колонны и ректификационной колонны деаэрированной водой. Варианты осуществления настоящего изобретения дополнительно предусматривают заполнение как экстракционной колонны, так и ректификационной колонны водой, а затем деаэрацию воды при ее циркуляции через экстракционную колонну 14 и дистилляции в колонне 17. В таких вариантах осуществления кислород может выпускаться по одной или обоим линиям 15 и 46.

Та же самая идея для отпаривания кислорода считается применимой для любого непрерывного потребителя воды в процессе этерификации. Для непрерывного потребителя воды, такого как колонна промывки водой, куб колонны извлечения спирта может быть спроектирован с большим объемом пульсации, чтобы обеспечить достаточный запас. На этом этапе работы процесс вентиляции является непрерывным с использованием азота в качестве отпаривающей среды.

Различные процессы могут включать в себя множество водных экстракционных колонн. Например, комбинированный процесс преобразования смешанных C_4 в МТВЕ, а затем преобразования МТВЕ в высокочистый изобутен может иметь две экстракционные колонны, одну для этапа производства МТВЕ и одну для этапа производства изобутена (обратный крекинг МТВЕ). Другие процессы могут включать в себя две экстракционные колонны для обеспечения непрерывности работы. Одна ректификационная колонна может использоваться для обеспечения каждого из этих потребителей деаэрированной водой в соответствии с вариантами осуществления настоящего изобретения.

Вышеописанные процессы и процедуры запуска могут также использоваться для получения деаэрированной воды в различных других процессах, в том числе для производства этил-трет-бутилового эфира, трет-амилметилового эфира, трет-амилэтилового эфира, смешанных эфиров, эфира, разрушения простых эфиров с образованием олефинов и производства изооктена или других различных процессов, которые могут включать в себя промывку водой, экстракцию водой или другие единичные операции, в которых требуется подача деаэрированной воды. Варианты осуществления, описанные в настоящем документе, обеспечивают возможность деаэрации воды и снабжения потребителей воды на предприятии без дополнительных эксплуатационных и капитальных затрат на специальную систему деаэрации.

В то время как настоящее раскрытие включает в себя ограниченное количество вариантов осуществления, специалисту в данной области техники, обладающему преимуществом этого раскрытия, будет понятно, что могут быть разработаны и другие варианты осуществления, которые не выходят за пределы области охвата настоящего раскрытия. Соответственно, область охвата должна быть ограничена только прилагаемой формулой изобретения.

ФОРМУЛА ИЗОБРЕТЕНИЯ

1. Процесс для подачи деаэрированной воды на химическую установку, включающую в себя ректификационную колонну для разделения выходного потока реакции, содержащего воду и продукт, причем этот процесс содержит:

загрузку ректификационной колонны аэрированной водой, имеющей содержание кислорода более 50 мас.ч. на миллиард;

дистилляцию аэрированной воды в ректификационной колонне для получения кислородсодержащего верхнего погона и тяжелой фракции, содержащей деаэрированную воду;

транспортировку деаэрированной воды в тяжелой фракции к предшествующему или последующему блоку;

использование деаэрированной воды в работе предшествующего или последующего блока;

подачу выходного потока реакции в ректификационную колонну, в результате чего ректификационная колонна переходит от отделения кислорода от воды к операциям выделения продукта из воды.

2. Процесс по п.1, в котором деаэрированная вода содержит менее 15 мас.ч. на миллиард кислорода.

3. Процесс по п.1, в котором деаэрированная вода содержит от менее 1 до не более 10 мас.ч. на

миллиард кислорода.

4. Процесс по п.1, в котором ректификационная колонна содержит систему конденсации верхнего погона и который дополнительно содержит:

извлечение из ректификационной колонны фракции верхнего погона, содержащей водяной пар и кислород;

охлаждение фракции верхнего погона, чтобы конденсировать по меньшей мере часть воды, формируя охлажденную верхнюю фракцию;

подачу охлажденной верхней фракции в верхний барабан для накопления жидкой водной фракции и фракции пара, содержащей кислород;

извлечение фракции пара из верхнего барабана;

подачу жидкой водной фракции в ректификационную колонну в качестве флегмы.

5. Процесс по п.1, дополнительно содержащий подачу азота в верхний барабан, в котором фракция пара содержит азот и кислород.

6. Процесс по п.1, дополнительно содержащий измерение содержания кислорода в тяжелой фракции.

7. Способ запуска системы для производства метил-трет-бутилового эфира (МТБЕ), в котором система содержит:

линии потока и реактор, причем линии выполнены с возможностью подачи метанола и смешанного потока C_4 , содержащего изобутен и другие олефиновые и/или парафиновые C_4 , а реактор выполнен с возможностью реагирования изобутена и метанола для получения потока неочищенного МТБЕ, содержащего МТБЕ, непрореагировавший изобутен, непрореагировавший метанол и другие олефиновые и/или парафиновые C_4 ;

реактор каталитической дистилляции для одновременного (i) реагирования непрореагировавшего изобутена и метанола с образованием дополнительного МТБЕ и (ii) разделения сырого МТБЕ для извлечения тяжелой фракции, содержащей МТБЕ, и фракции верхнего погона, содержащей метанол и другие олефиновые и/или парафиновые C_4 ;

экстракционную колонну для экстракции непрореагировавшего метанола водой с получением фракции рафината C_4 , содержащей другие олефиновые и/или парафиновые C_4 , а также фракции экстракта, содержащей воду и метанол;

ректификационную колонну для разделения фракции экстракта для извлечения фракции верхнего погона, содержащей метанол, и тяжелой фракции, содержащей воду;

причем этот способ содержит:

загрузку ректификационной колонны азотированной водой, имеющей содержание кислорода более 50 мас.ч. на миллиард;

дистилляцию азотированной воды в ректификационной колонне, чтобы произвести кислородсодержащий верхний погон и тяжелую фракцию, содержащую деазотированную воду, имеющую менее 15 мас.ч. на миллиард кислорода;

транспортировку деазотированной воды в тяжелой фракции к экстракционной колонне;

повторение загрузки азотированной водой, дистилляции и транспортировки до тех пор, пока экстракционная колонна и ректификационная колонна не будут полностью обеспечены деазотированной водой; и

запуск реактора и реактора каталитической дистилляции;

подачу фракции верхнего погона, содержащей метанол и другие олефиновые и/или парафиновые C_4 , в экстракционную колонну с получением фракции рафината C_4 и фракции экстракта, содержащей воду и метанол;

подачу фракции экстракта в ректификационную колонну, в результате чего ректификационная колонна переходит к отделению метанола от воды.

8. Способ по п.7, в котором повторение содержит непрерывное выполнение загрузки, дистилляции и транспортировки с рециркуляцией воды из экстракционной колонны в ректификационную колонну до тех пор, пока вода не будет деазотирована.

9. Способ по п.7, в котором повторение содержит периодическое выполнение загрузки ректификационной колонны, дистилляции и транспортировки, деазотированной воды для загрузки экстракционной колонны.

10. Способ по п.9, дополнительно содержащий накопление некоторого объема деазотированной воды в кубе ректификационной колонны.

11. Способ по п.7, в котором ректификационная колонна содержит систему конденсации верхнего погона и который дополнительно содержит:

извлечение из ректификационной колонны фракции верхнего погона, содержащей водяной пар и кислород;

охлаждение фракции верхнего погона, чтобы конденсировать по меньшей мере часть воды, формируя охлажденную верхнюю фракцию;

подачу охлажденной верхней фракции в верхний барабан для накопления жидкой водной фракции

и фракции пара, содержащей кислород;

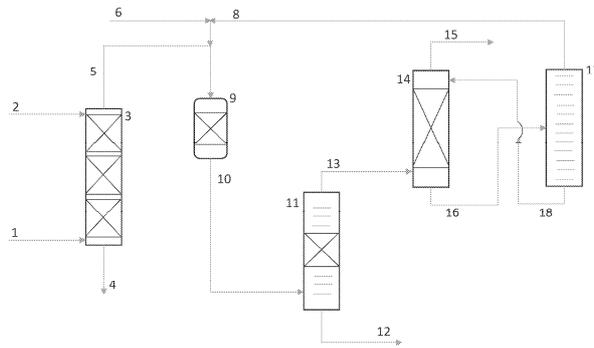
извлечение фракции пара из верхнего барабана;

подачу жидкой водной фракции в ректификационную колонну в качестве флегмы.

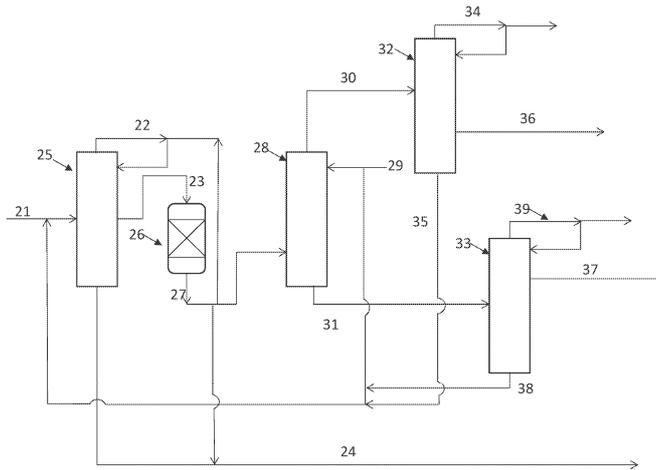
12. Способ по п.11, содержащий подачу жидкой водной фракции в ректификационную колонну в качестве полной флегмы.

13. Способ по п.11, дополнительно содержащий подачу азота в верхний барабан, в котором фракция пара содержит азот и кислород.

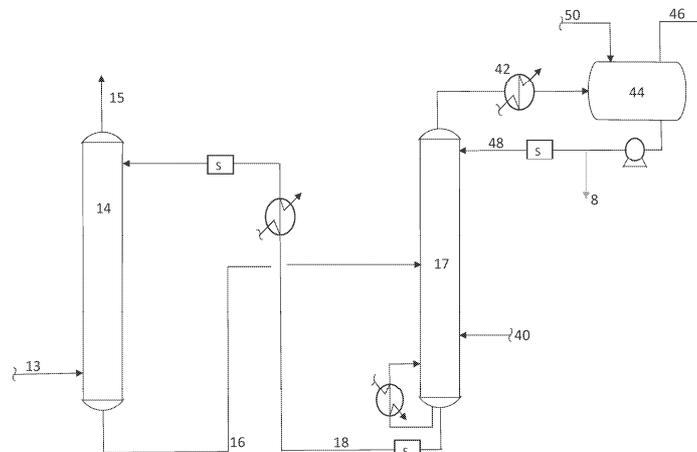
14. Способ по п.11, дополнительно содержащий измерение содержания кислорода в тяжелой фракции.



Фиг. 1



Фиг. 2



Фиг. 3

