

MEMORIA DESCRIPTIVA
para solicitar una
P A T E N T E D E I N V E N C I Ó N
por VEINTE AÑOS en
E S P A Ñ A

por : Procedimiento para el fraccionamiento de mezclas de
hidrocarburos y otros líquidos.

a favor de la
SOCIETE POUR L'EXPLOITATION DES PROCEDES AB-DER-HALDEN



SECRETARIA DE ECONOMIA

Se conoce un procedimiento de fraccionamiento de mez-
clas de hidrocarburos u otros líquidos según el cual se
efectúa primeramente un arrastre en masa de los aceites u
otros productos que fraccionar por medio de vapor de agua,
para bajar lo más posible la temperatura de ebullición de
dichos aceites o líquidos. Sabido es, en efecto, que se pue-
den destilar los aceites más pesados a menos de 100°, arrás-
trándolos por medio de cantidades enormes de vapor; indus-
trialmente, hay que limitar este gasto de vapor y estable-
cer un arreglo entre él y la temperatura de destilación; en
la práctica, se admite pues que la proporción de vapor de
arrastre representa del 20 al 50% del peso del producto
bruto que destilar. En el procedimiento conocido se hacen
pasar luego los vapores mixtos por unos condensadores, o
más bien unas columnas de barboteo, mantenidos a temperatu-
ras determinadas y dispuestos en serie. Se separa, en cada
uno de dichos aparatos, una fracción cuyo punto de ebulli-
ción está en relación con la temperatura de salida de dicho
aparato. La graduación de las temperaturas se verifica por
refrigeración por medio de agua que circula por un sistema

tubular que corona cada columna.

Este procedimiento ofrece una ventaja. En vista del arrastre con vapor recalentado, la temperatura máxima de los vapores que fraccionar no pasa de 250° C., lo cual permite utilizar columnas de fundición, por consiguiente poco costosas; pero presenta diversos y serios inconvenientes.

Si se quieren multiplicar los fraccionamientos, se puede ya sea multiplicar las columnas, lo que origina gastos de instalación onerosos, un espacio considerable, y una red de tuberías de enlace que llega a ser el punto de condensaciones no analizadas en las columnas, y ocasiona una perturbación de los fraccionamientos, o dividir la columna en elementos y hacer atravesar los productos saliendo de un elemento y penetrando en el siguiente elemento al través de un condensador. En ambos casos, los refrigerantes de agua, que trabajan generalmente a más de 100°, son objeto de una encostradura por las aguas impuras, lo que modifica constantemente su eficacia y obliga a frecuentes limpiezas. Además, la graduación de estos refrigerantes a alta temperatura es delicada; en fin los vapores calientes de ciertos hidrocarburos corroen los metales usuales e imponen el empleo de metales especiales muy costosos, para la realización de dichos refrigerantes.



CLARKE, MODET Y CO

Se conoce otro procedimiento de fraccionamiento que consiste en introducir en la base de una columna, no los vapores que fraccionar, sino el producto bruto, elevado antes a una temperatura tal que las fracciones más pesadas puedan vaporizarse, mientras que el residuo no vaporizado vuelve al aparato de calefacción. Eventualmente, se introduce una pequeña cantidad de vapor en la base de la

columna para favorecer dicha vaporización. Además, se preven
en diferentes escalones de la columna, unas inyecciones su-
plementarias de vapor para acelerar las vaporizaciones loca-
les. La temperatura de régimen es por consiguiente muy ele-
55 vada, y sin embargo, a pesar de las aportaciones eventuales
de calor que resultan de ésta o estas introducciones de va-
por de agua, la temperatura a la cual debe llevarse el pro-
ducto bruto es mucho más elevada que en el caso de la pro-
ducción de vapores mixtos.

60 Por ejemplo, si se quiere destilar alquitrán mineral
con extracción de todos los aceites comerciales, hay que po-
nerlo a 375° C. aproximadamente. La base de la columna está
pues obligatoriamente a una temperatura superior y con mucho
a 250° C. que es la temperatura máxima más allá de la cual
65 debe proscribirse obligatoriamente la fundición, pues a más
de esa temperatura las variaciones importantes de temperatu-
ra particularmente durante las paradas y puestas en marcha
provocan variaciones de dilatación tales que la fundición se
puede romper bruscamente. Las columnas actuales de fracciona-
70 miento con introducción en su base del producto que fraccio-
nar fuertemente calentado se hacen pues de acero al niquel-
cromo-molibdeno muy resistente pero también mucho más costoso.
Además, en estas columnas el residuo no vaporizado debe reco-
gerse en la base por una bomba de aceite caliente muy oneroso
75 por las mismas razones que en la columna y que manda dicho
aceite al aparato de precalefacción.

Este aparato de precalefacción es de por sí de una cons-
trucción muy costosa, siempre con motivo de la temperatura
elevada a que ha de ponerse el producto bruto. En fin en este
80 procedimiento, a pesar de la temperatura elevada a que se



CLARKE, MODET & CO.

introduce el producto bruto en el bajo de la columna y de la o las aportaciones eventuales de cantidades reducidas de vapor, la cantidad total de calorías introducidas en la columna es reducida de tal forma que el número de reflujos posibles se limita a uno, el volumen de ese reflujo del cual depende directamente la pureza del condensado debe reducirse también. Este procedimiento comprende la introducción directa del producto bruto muy caliente en el bajo de la columna y no permite por consiguiente reducir el número de columnas, que son en igual número que los productos fraccionados.

El presente invento se refiere a un procedimiento de fraccionamiento de mezclas de hidrocarburos y otros líquidos, que permite obtener destilaciones muy puras, con una instalación simplificada de un precio y de un espacio requerido sumamente reducidos con relación a los de las instalaciones de fraccionamiento existentes cuyas características esenciales se han evocado más arriba.

El procedimiento con arreglo al invento es notable especialmente porque consiste: en

por una parte en introducir en la base de una columna única una mezcla de vapores mixtos de hidrocarburos u otros y agua a una temperatura relativamente baja pero que posee una cantidad de calor considerable debido al vapor de agua, y por otra parte en extraer líquido en uno o varios puntos de la columna de fraccionamiento, en enfriar el líquido de cada extracción lo más bajo posible, más allá del punto de congelación, en refluir a un escalón inferior de la columna una fracción controlada del líquido frío para graduar muy exactamente la temperatura al punto de extracción sin aportación de calorías en dicho punto, y en sacar el



CLARKE, MODET Y Co

exceso líquido de la extracción en el reflujo.

Este procedimiento permite sacar, en cada punto de extracción, un producto líquido que corresponde cuantitativa y cualitativamente al fraccionamiento deseado y ello por medio de una sustracción de calor que permite a la columna funcionar en condiciones de temperatura mínimas.

Con relación al primer procedimiento recordado más arriba, de vapores mixtos y de varias columnas, el procedimiento con arreglo al invento permite una reducción importante de la instalación puesto que basta una sola columna; por otra parte los productos obtenidos son mucho más puros, puesto que en cada extracción el enfriamiento es total, los refrigerantes no llevan una graduación complicada, su construcción puede realizarse con materiales usuales poco costosos.

Con relación al segundo procedimiento conocido y recordado más arriba, en el cual se introduce el producto bruto, muy caliente, en la base de la columna, el procedimiento con arreglo al invento permite, en vista de la poca temperatura de admisión de los vapores mixtos en la base de la columna (inferior a 250°) emplear para la fabricación de dicha columna fundición menos costosa; no hay en la base de la columna reflujo líquido fuera de la columna, por consiguiente ninguna bomba de impulsión de un líquido caliente. A pesar de la baja temperatura de admisión de los vapores mixtos a su entrada en la columna, dichos vapores permiten disponer de una grandísima cantidad de calor, debido al vapor de agua, lo cual permite realizar en la columna varios reflujos muy abundantes y por consiguiente obtener productos muy puros (sabido es que para obtener buenos productos, el reflujo ha de ser por lo menos igual a las tres cuartas partes de la



CLARKE, MODET & CO

extracción en la columna) y ello manteniendo la temperatura baja, sin que por eso la temperatura baje en lo alto de la columna a menos de 100°.

La parte superior de la columna es mantenida, en efecto, a una temperatura superior a 100°, de tal forma que no se pueda condensar agua en la misma. El vapor de agua total que se ha introducido en la base de la columna sale por la parte superior de la misma con los vapores de aceite u otros productos no condensados. La mezcla se enfría en un refrigerante exterior. El agua queda separada del aceite (u otro producto) y el aceite anhidro es refluido hacia la cabeza de la columna con el fin de graduar la temperatura.



En el dibujo adjunto dado únicamente como ejemplo se representa una instalación para la ejecución del procedimiento con arreglo al invento.

Según el ejemplo de ejecución representado, la instalación comprende esencialmente un aparato A de producción de vapores mixtos y una columna B de fraccionamiento con sus dispositivos accesorios.

El aparato A de producción de vapores mixtos comprende como se sabe, un hogar de carbón 1 u otro, en cuya parte superior va colocada una retorta de destilación 2 de acero y cuyo volumen corresponde por ejemplo a una hora de gasto; los gases de combustión lamen la parte inferior de dicha retorta 2 y ganan por una cámara 3 un canal conductor 4.

El producto a destilar se halla contenido en un depósito 5 de donde corre a una cuba reguladora 6. Una bomba 7 dosificadora permite enviarlo a la retorta 2 por un serpentín de caldeo 8 colocado en la cámara 3 y por una tubuladura 9.

En la retorta 2, desemboca también una tubuladura 10 de llegada de vapor recalentado, bifurcada en un recalentador 11 cuyos elementos son de un metal susceptible de resistir a una temperatura de 600° C. aproximadamente y que, colocado
175 en el hogar 1, es alimentado en vapor por una tubería 12 desde un origen cualquiera. El gasto de vapor es regulado por un grifo 13, automáticamente o no.

Una tubuladura 14 reúne un punto de altura media de la retorta 2 con un depósito 15 de brea u otro residuo no vaporizable.
180

El cono 16 de la retorta 2 comunica por la tubuladura 17 en la base de la columna de fraccionamiento B con elementos de barboteo, hechos de fundición o de acero corriente.

En cierto número de discos 18, 19, 20, se han previsto
185 unas tubuladuras de extracción del líquido 21, 22, 23. La toma inferior 21 conduce por un sifón 24 a un recipiente 25. La tubuladura de toma 22 conduce a un refrigerante 26, empalmado por una tubuladura 27 con un recipiente de derramamiento 28. El alto del recipiente 28 comunica con un depósito 29, mientras que el bajo de dicho recipiente comunica
190 por una tubuladura 30 con un disco 31 situado directamente o no debajo del disco 19 de extracción. Una bomba 32 asegura la circulación del recipiente 28 hacia el disco 31, un grifo 33 va colocado en la tubería 30. Dicho grifo puede
195 accionarse a mano o por termóstato.

La tubuladura 23 de toma en el disco 20 conduce asimismo a un refrigerante 34 unido a un recipiente de derramamiento 35 con un recipiente 36 y tubuladura 37 de reflujo en el disco 38 inferior al disco 20.

200 Naturalmente, se pueden prever más de dos dispositivos



CLARK MODEL CO.

de extracción con reflujo, si es necesario.

La cumbre de la columna B va unida también por una tubuladura 39 a un refrigerante 40, del cual corre el líquido refrigerado a un recipiente de decantación 41, con tubo inferior 42 de agua decantada y tubuladura 43 que conducen a un recipiente de derramamiento 44 cuya cumbre comunica con un depósito 45, mientras que la base va unida por la tubuladura 46 de reflujo y por el grifo 48 y la bomba 47 a la cumbre de la columna.

210 El funcionamiento de esta instalación es el siguiente:

El alquitrán bruto que destilar (u otro producto) calentado antes en unos condensadores y cambiadores y contenido en el depósito 5 a una temperatura de 100° C. por ejemplo, es impulsado por la bomba 7 al través del recalentador 8 donde se le eleva a su temperatura de destilación (280° por ejemplo en el caso del alquitrán).

El alquitrán calentado así, u otra mezcla de productos, entra en la retorta 2, el vapor de agua que llega por la tubuladura 12, graduándose su gasto por el grifo 13, es recalentado en el serpentín 11. El vapor se recalienta aquí a una temperatura que puede llegar a 550° C. y entra luego en la retorta por medio de un distribuidor perforado.

El residuo de la destilación (brea u otro) queda mantenido a un nivel constante, por medio de la tubuladura de extracción 14 por la cual corre, en continuo a medida de su formación, al depósito 15. Este residuo caliente que sale de la retorta 2 puede pasar eventualmente a un cambiador de modo que ceda sus calorías al alquitrán bruto.

La calefacción del conjunto se realiza por el hogar 1.
230 Las llamas pasan antes por el recalentador de vapor 11, donde



CHARLES MODET Y CIA

pierden la mayor parte de su calor vienen luego a lamer la retorta 2, y por fin atraviesan el serpentín 8.

La calefacción puede hacerse por un simple hogar de carbón como ya se ha dicho. El volante de materia que existe en el aparato asegura una regularidad de la marcha, a pesar de los descuidos del conductor.

Si la calefacción se hace con aceite o gaz, puede considerarse el funcionamiento como prácticamente automático.

Se observará que la radiación del hogar se ejerce sobre el recalentador de vapor, que forma pantalla de protección de la retorta. En cuanto al serpentín 8 que trabaja como recuperador, su temperatura de régimen es muy baja resultando de ello una seguridad casi total contra las roturas y los peligros de incendio.

El dispositivo de vaporización separa por consiguiente el producto bruto en dos fracciones :

por una parte el residuo, cuya composición, dicho de otro modo, el punto de fusión, depende de la temperatura de destilación;

por otra parte, los vapores globales de aceites, mezclados con el vapor de agua que ha servido al arrastre.

Por consiguiente en estos vapores mixtos es donde se opera la condensación fraccionada.

Los vapores mixtos que en el caso del alquitrán están a una temperatura de 280° C. en la retorta 2 llegan a la base de la columna B por la tubuladura 17. En la base de la columna la temperatura es de unos 240° C. La cantidad muy pequeña de arrastres (vesículas líquidas) que pudieran ser arrastradas eventualmente son detenidos por algunos discos y vuelven a la alimentación por la tubuladura 49.



245

250

255

260

CLARKE & COET Y CA

Siempre en el caso del alquitrán, el aceite antracénico se extrae en el disco 18 y gana el depósito 25.

A una grada superior, se extrae en el disco 19, por la tubuladura 22 el aceite pesado líquido. Este aceite se enfría en el refrigerante 26 y cae al vaso de derramamiento 28. En la base de dicho vaso, la bomba centrífuga 32 recoge el aceite frío y lo manda al disco 31 situado debajo del disco 19 de extracción, para efectuar la separación entre el aceite pesado y el aceite antracénico. Se gradúa la vuelta de este reflujo por medio del grifo 33 para asegurar la debida separación. El exceso de aceite que no vuelve a la columna corre del vaso de derramamiento 28 hacia el recipiente 29 y constituye la producción de aceite pesado.

Se concibe fácilmente la simplicidad del sistema; si se abre completamente el grifo de regulación 33, todo el reflujo entra en la columna B y se mezcla con el aceite antracénico. Si, al contrario, se suprime la vuelta del reflujo, el aceite antracénico tiende a subir en la columna y viene a caer con el aceite pesado. Entre estas dos posiciones extremas, existe una graduación tal que la separación de ambos aceites es absoluta y que cada uno de ellos corre en la proporción en que existe en el alquitrán.

La graduación que sólo comprende la maniobra de un solo grifo puede por otra parte medirse por medio de un aparato automático, siendo accionado el grifo por un termóstato, con objeto de que la temperatura del líquido tenga un valor rigurosamente constante en el disco 19 de extracción.

La separación del aceite intermedio se efectúa de la misma manera por la tubuladura 23, con reflujo en el disco 38 y extracción en el depósito 36 con reserva de mantener el



CLARKE, MODET & Co
280

circuito a una temperatura superior al punto de congelación.

Los vapores mixtos que salen de lo alto de la columna por la tubuladura 39 contienen todavía aceite ligero mezclado con la totalidad del vapor de agua inyectado. Dichos vapores se condensan en el condensador 40 y el producto destilado se separa en el decantador 41. El agua es evacuada por la tubuladura 42 y el aceite ligero es refluido a la cabeza de la columna por la tubuladura 46 para efectuar su separación con el aceite intermedio, el exceso de la extracción en el reflujo es recogido en el depósito 45.

El dispositivo de fraccionamiento que acabamos de describir permite por ejemplo obtener directamente, partiendo del alquitrán bruto, los siguientes productos:

brea,

310 aceite antracénico hirviendo a más de 280° (separado a 230°)

aceite pesado fluido, exento de antraceno, hirviendo de 230° á 280° C, separado a 180°

315 aceite intermedio naftalina hirviendo de 180° á 230°, separado a 125° y conteniendo la totalidad de la naftalina, fenoles, cresoles y bases pirídicas. Por cristalización, se retira naftalina qui, después de prensadura en caliente, da una ley de más del 99%, con un punto de fusión de 79° C. El aceite claro contiene del 30 al 40% de fenoles según los alquitranes.

320 Aceite ligero, exento de naftalina, hirviendo de 0 á 180°, separado a 102° C aproximadamente.

Naturalmente, se pueden multiplicar los fraccionamientos aumentando el número de extracciones y extraer por ejemplo un aceite antracénico ligero, que conviene directamente para



CLARKE, MODET & CO.

la fabricación de la creosota.

El mismo aparato puede producir, sin ninguna modificación, alquitrán semidestilado que responde a todas las características de viscosidad. En estos casos, el rendimiento se aumenta y puede alcanzar el triple del rendimiento de la destilación completa. El fraccionamiento de los subproductos es el mismo, suprimiendo las separaciones de los aceites antracénicos y pesados que quedan en el semidestilado.

Desde luego, el procedimiento y la instalación pueden utilizarse para el fraccionamiento de cualesquiera otras mezclas líquidas.

Vamos a recordar a continuación las principales ventajas del procedimiento y de la instalación con arreglo al invento.

La temperatura en la base de la columna es mucho más débil (por lo menos de 100°) que en el caso de columnas en las cuales se introduce el producto bruto en estado líquido a la temperatura de vaporización, puesto que los vapores mixtos, producidos en el vaporizador exterior A, sólo entran en la columna a una temperatura de 230 á 240° en vez de 375° aproximadamente como es el caso con los productos brutos líquidos de lo cual la posibilidad de construir la columna B de fundición moldeada.

Los vapores mixtos contienen la totalidad de los aceites que han de fraccionarse. No hay que mandar ningún reflujo no vaporizado al aparato de calefacción, pues la extracción eventual que se hace en 18 en la base de la columna está constituido por un aceite fraccionado, y no por un residuo del producto bruto. Por consiguiente la columna funciona estrictamente como un aparato de rectificación o de condensación.



CLARK, MODET Y CIA

Conviene señalar que no se hace ninguna inyección de vapor, ya sea en la base de la columna, o en las diversas gradas, lo cual suprime todas las graduaciones accesorias. El vapor de arrastre es inyectado en el aparato de vaporización, de una vez para siempre, por una sola graduación que además puede ser automática.

Debe observarse que el procedimiento conocido en el cual el producto bruto y una pequeña cantidad de vapor se introducen en la base de la columna es muy distinto del que forma el objeto del presente invento. En efecto para ponerse en las condiciones de este procedimiento, cuya principal característica es la baja temperatura de régimen, habría que introducir en la base de la columna una proporción de vapor de 20 a 50% con relación al producto bruto introducido



Si admitimos por ejemplo que se introducen por hora 1000 Kgs. de producto bruto y 200 Kgs. de vapor, a 230°, estos 1000 Kgs. de producto bruto representan unos 300 m³ de vapor y los 300 Kgs. de vapor de agua representan unos 600 m³ de vapor, o sea un total de 900 m³. Así pues, la realización de tal vaporización no puede hacerse en la base propiamente dicha de una columna sin hacer perder a ésta el carácter de un aparato de fraccionamiento. Dicha base se convierte en una caldera cuya construcción es obligatoriamente exterior a la columna.

Si, al contrario, se introduce, como en los procedimientos conocidos, el producto bruto calentado a 375°, sin vapor, o con muy poco de vapor, el 5% por ejemplo, se deja libre un volumen gaseoso que es la tercera parte del anterior y que autoriza a hacer la vaporización en la base de la columna, con reserva de equipar ésta en consecuencia para

resistir a dicha temperatura.

En este procedimiento conocido, el aceite introducido en la base de la columna da a la vez su calor de caldeo y su calor de vaporización. Uno y otro son débiles, sobre todo el segundo. Como la eficacia del fraccionamiento depende de la intensidad de reflujo, que absorbe las calorías, no se puede hacer en la columna, como ya se ha dicho, más que un solo reflujo. Si quisiéramos hacer varios reflujos, nos veríamos obligados a hacer en las diversas gradas aportaciones de vapor recalentado para suministrar calor y poder tener reflujos más intensos de lo cual una gran complicación de construcción.

En cambio, en el procedimiento con arreglo al invento se suministra igualmente la cantidad de calor por los vapores de aceite, pero además el calor de vaporización del vapor de agua, que es seis veces mayor que el del vapor de aceite. La columna recibe pues en su base, a pesar de la temperatura reducida de los vapores mixtos a su entrada en dicha columna, una masa calorífica considerable que permite multiplicar los reflujos, y por consiguiente los fraccionamientos, sin aportación de calor exterior.

Naturalmente el invento no se limita al modo de ejecución representado y descrito que sólo se ha dado como ejemplo. Desde luego la cantidad de vapor de agua introducida en el vaporizador A puede variar según la temperatura de ebullición del producto que fraccionar.

- N O T A -

Esta solicitud que corresponde a la patente presentada en Francia el 13 de Diciembre de 1937 bajo el N° 423.449, se acoge a los beneficios del Artículo 51 de la Ley de



405
INDUSTRIAS

ARKE, MOBEY

410

415

146300

Propiedad Industrial.

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Veinte años en España, son los siguientes :

420 1°- Un procedimiento de fraccionamiento de mezclas de hidrocarburos y otros líquidos, que se caracteriza por el hecho de que, por una parte, se introduce en la base de una columna única una mezcla de vapores mixtos de hidrocarburos u otros y agua a una temperatura relativamente baja pero que

425 posee una cantidad de calor considerable debida al vapor de agua, y por otra en que se retira líquido en uno o varios puntos de la columna de fraccionamiento, se enfría el líquido de cada extracción lo más bajo posible, a más del punto de congelación, se refluye a una grada inferior de la columna una fracción controlada del líquido frío para graduar con

430 mucha exactitud la temperatura en el punto de extracción sin aportación de calorías en dicho punto y se saca el exceso de extracción en el reflujó;

435 2°- Un procedimiento según la reivindicación 1, que se caracteriza por el hecho de que se mantiene la parte superior de la columna a una temperatura superior a 100° C, de modo que no pueda condensarse agua en ella;

440 3°- Un procedimiento según la reivindicación 1, que se caracteriza por el hecho de que el vapor de agua total introducido en la base de la columna sale por la parte superior con los vapores de aceite u otros productos no condensados; la mezcla es enfriada en un refrigerante exterior; el agua se separa del aceite (u otro producto) y se refluye el aceite anhidro a la cabeza de la columna para graduar la temperatura;

445 4°- Un procedimiento según la reivindicación 1, que se



CLARKE, MODET Y CIA

caracteriza por el hecho de que se gradúan los reflujos por medio de grifos;

450 5°- Un procedimiento según la reivindicación 4, que se caracteriza por el hecho de que dichos grifos son accionados automáticamente por medio de termóstatos

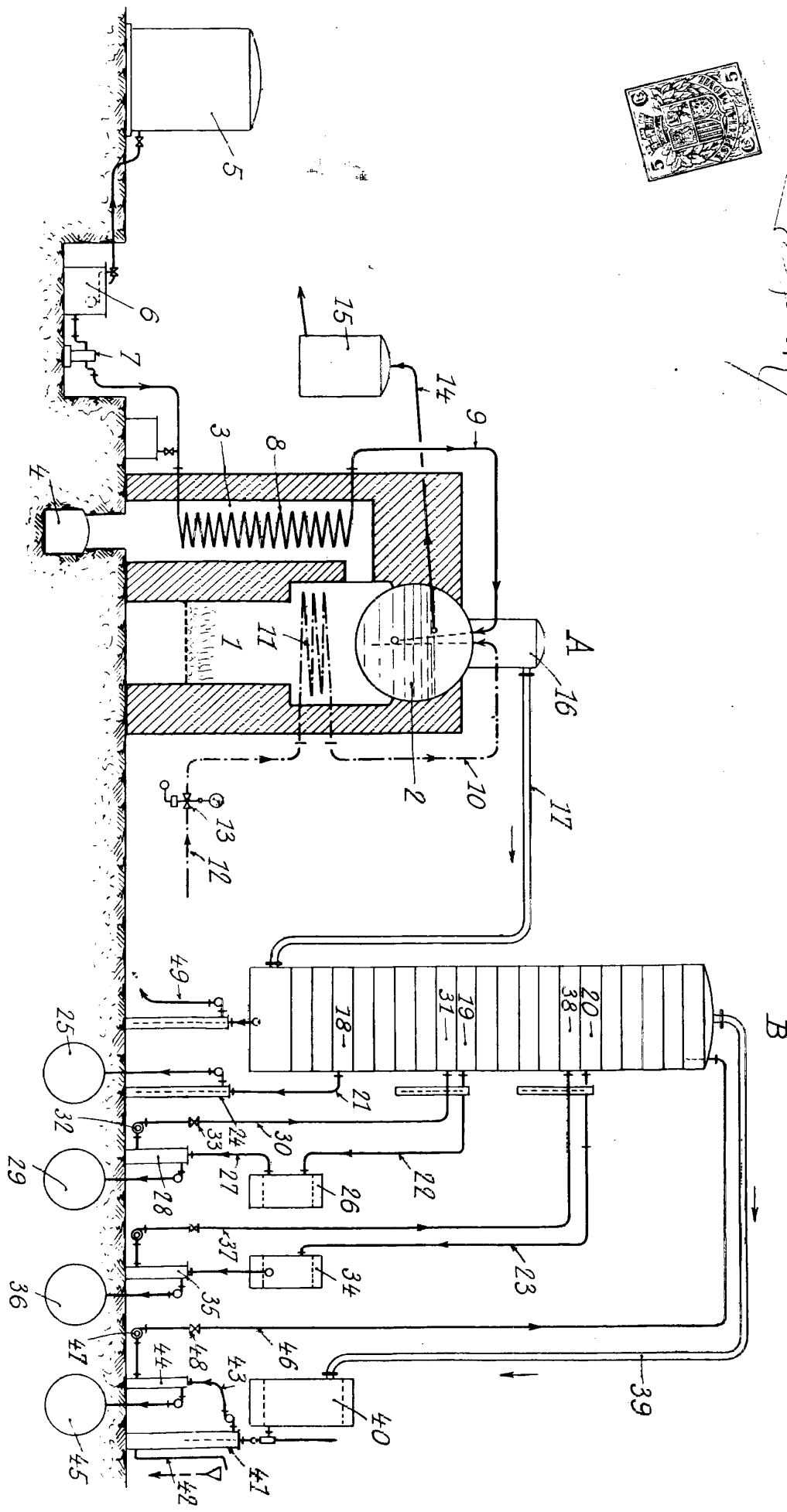
6°- Un procedimiento de fraccionamiento de mezclas de hidrocarburos y otros líquidos, en substancia como se ha descrito.



2 Me 1928
CLARKE, MODET Y C.^o
Clarke



Handwritten signature or scribble in the upper right corner.



Handwritten text on the left side of the page, possibly a title or description.