

P - 11.035

-----  
Nº 23502 U.S. Ser. Nº  
291.191 Case 4014.

209590

25 JUN. 1909



209590

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

P A T E N T E   D E   I N V E N C I O N

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de THE DOW CHEMICAL COMPANY, entidad norteamericana, establecida en Midland, Michigan, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE UNA PLURALIDAD DE HIDROCARBUROS AROMATICOS DE LA SERIE BENZENICA DE UNA MEZCLA DE LOS MISMOS CON HIDROCARBUROS NO AROMATICOS".

- 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 - 0 -

Este invento se refiere a un procedimiento mejorado para la extracción y la recuperación de benceno y otros hidrocarburos aromáticos a partir de mezclas de

209590



hidrocarburos líquidas que los contienen. Se refiere en particular a un método para mejorar la capacidad portadora de disolventes usados en la extracción de aromáticos desde mezclas de hidrocarburos, y está destinado a emplearse en la recuperación del benceno, tolueno, xilenos, etil benceno y aromáticos superiores desde alimentaciones tales como se obtienen reformando gasolina natural. Sin embargo, el invento no queda limitado a operaciones sobre tales gasolinas reformadas.

Se sabe que fracciones de hidrocarburos aromáticos de mezclas líquidas que contienen uno, o una mezcla, de otros tipos de hidrocarburos tales como hidrocarburos alifáticos saturados y no saturados e hidrocarburos cicloalifáticos, pueden extractarse de las mezclas empleando disolventes selectivos que fluyen en contracorriente con la alimentación mixta. Los disolventes son sustancialmente inmiscibles en el refinado, predominantemente no aromático. La simple separación de los aromáticos en el extracto no es un problema grande. Los diversos disolventes que se han sugerido difieren tanto en su poder portador para aromáticos como en su selectividad, y el refinado que se obtiene puede estar sustancialmente libre de aromáticos, o puede contener cantidades considerables de aromáticos, dependiendo del disolvente de extracción usado y de las técnicas empleadas. Así, el extracto puede contener sustancialmente la totalidad o sólo una parte de la porción aromática de la alimentación, dependiendo del disolvente y de las condiciones usadas. El problema princi-



209590

pal se origina por la fuerte tendencia de la mayoría de los disolventes para los hidrocarburos aromáticos a disolver, asimismo, gran parte del material no aromático de la alimentación. Esto, a su vez, conduce a un problema agudo en la purificación del extracto, ya que los hidrocarburos no aromáticos  $C_6$  a  $C_{10}$  hierven en la misma gama que los aromáticos  $C_6$  a  $C_{10}$ , y los dos tipos de compuestos no pueden separarse por las usuales técnicas de destilación si está presente mucho material olefínico. Como consecuencia de ello, las fracciones aromáticas recuperadas no son suficientemente puras para satisfacer las normas aceptadas para las calidades "industrial" y "de nitración" de los aromáticos. Sus impurezas dielefínicas tienden a polimerizar, formando resinas gomosas, y las mono-olefinas presentes impiden que los aromáticos satisfagan las normas establecidas tales como, por ejemplo, las que se refieren al índice de bromo o al "color al lavado ácido".

Estos problemas y otros afines se discuten en la Solicitud de Patente española No. 209.591, donde se describe un método para la recuperación de fracciones aromáticas puras de alimentaciones de hidrocarburos mixtos. Ese método comprende introducir la alimentación mixta en un sistema de extracción de etapas múltiples en contracorriente, cerca del centro, introducir glicol dietilénico en una extremidad del sistema a contacto con los hidrocarburos, retirar refinado sustancialmente exento de aromáticos del sistema en la misma extremidad y extracto rico en



26 1953

209590

aromáticos de la otra extremidad, rectificar el extracto para separar su contenido aromático, devolver parte de los aromáticos como reflujo a dicha otra extremidad, y retirar el resto del hidrocarburo aromático como producto. El glicol dietilénico contiene con preferencia 0,5 a 10% en peso de agua. El método que se acaba de describir es más eficaz que los de la técnica anterior, especialmente en la recuperación de aromáticos individuales de fracciones de alimentación restringidas, pero, en común con otros métodos conocidos, requiere mucha aportación de calor al alambique o alambiques rectificadores, calor que se pierde en la condensación de los destilados aromáticos. Además, la mayoría de los procedimientos conocidos están limitados en sus eficacias de extracción por el poder portador del disolvente empleado para la mezcla de aromáticos presente en la alimentación. También están limitados por la presencia, en la porción predominantemente aromática del extracto, de cantidades significativas de fracciones no aromáticas que hierven entre el benceno y el tolueno y entre el tolueno y el etil benceno o los xilenos.

Para ser aceptable, el procedimiento empleado para la extracción de hidrocarburos aromáticos de alimentaciones mixtas, debe aprovechar todos los factores que tiendan a aumentar tanto la selectividad como la capacidad portadora, o cualquiera de ellas, del extractante empleado, y debe dar calidades industriales o mejores de los hidrocarburos aromáticos individuales. Si es posible, estas con-



209590

diciones deben ir acompañadas por una medida práctica de economía térmica.

Entre los objetos del presente invento figura crear un método para la recuperación económica y sustancialmente completa, desde mezclas de hidrocarburos que tienen una amplia gama de ebullición y que contienen dos o más de los hidrocarburos aromáticos; benceno, tolueno, los xilenos, etil benceno, cimeno, cumeno, mesitileno y similares, de uno o varios de los hidrocarburos aromáticos, en estado de pureza satisfactorio para su empleo en procesos químicos y con preferencia sin necesidad de un lavado con ácido para separar las olefinas. Un objeto afín es el de crear un procedimiento de esta clase por el cual la capacidad portadora del extractante para los hidrocarburos aromáticos se aumenta, sin disminución material de su selectividad, por la selección y control del tipo y cantidad de hidrocarburo devuelto al extractor como refluje y control del estado del extractante alimentado al extractor. Otro objeto es el de crear un método de esta clase en el cual el hidrocarburo empleado como refluje puede ser recuperado del extracto sin suministrar calor adicional al mismo. Todavía otro objeto es el de crear un método por el cual la porción parafínica de la alimentación se desvía al refinado y la cantidad de la misma que aparece en el extracto se reduce al mínimo. Otros objetos incluyen la creación de un método, como antes se ha descrito, en el cual se requiere una pequeña cantidad de extractante, con relación a los requisitos de otros procesos, y



209590

en el cual se puede usar una columna rectificadora menor y menos capacidad de permutación térmica por unidad de producto que la referida en otros procedimientos. Otros objetos resultarán evidentes en lo que sigue.

5 El método del presente invento puede usarse para extraer constituyentes de hidrocarburos aromáticos de mezclas líquidas de hidrocarburos que tienen una gama de ebullición amplia o restringida. La alimentación de hidrocarburos mixta es de origen petrolífero y contiene considerable material no aromático. Carece de importancia para el procedimiento el que tal alimentación sea una obtenida por cracking de los denominados materiales petrolíferos aromáticos o nafténicos, o que sea el producto de una operación de reforma catalítica, mientras contenga hidrocarburos aromáticos mixtos de la serie del benceno.

10

15

El disolvente selectivo usado como extractante es con preferencia glicol dietilénico, solo o diluido con hasta 10% en peso de agua, ya que este disolvente extrae con la mayor facilidad todos los aromáticos de la alimentación mixta y de fácilmente aromáticos individuales de gran pureza en el proceso. Otros disolventes que pueden usarse, con resultados algo menor ventajosos, incluyen el glicol etilénico, el glicol trietilénico, el glicol tetraetilénico, el glicol dipropilénico, y mezclas de estos entre sí o con glicol dietilénico. En la mayoría de los casos, la adición de pequeñas cantidades de agua aumenta la selectividad del disolvente o mezcla disolvente empleados e impide

20

25



209590

25 JUN 1958

pérdidas de disolvente en el refinado.

Al llevar a la práctica el método del presente invento, una mezcla líquida de hidrocarburos aromáticos y no aromáticos se alimenta a un sistema de extracción de etapas múltiples en contra-corriente cerca del centro, bajo presión suficiente para mantener el contenido del sistema líquido a la temperatura reinante, mientras que el disolvente selectivo se suministra al sistema cerca de una extremidad, llegando a contacto de extracción líquido de dos fases con la alimentación. (En una realización preferida, los hidrocarburos y el disolvente se calientan a una temperatura por encima del punto de ebullición a presión atmosférica del hidrocarburo aromático más volátil, presente y con preferencia no muy por encima de la del aromático de punto de ebullición más alto siguiente. Así, cuando están presentes el benceno y el tolueno a la vez, el sistema de extracción se opera convenientemente a una temperatura de unos 80°C y con preferencia no muy por encima de 110°C, aunque pueden usarse temperaturas de hasta 120-125°C). Un refinado que está sustancialmente libre de hidrocarburos aromáticos se retira de la extremidad del sistema en o cerca de la cual se admitió el disolvente. El extracto, que es rico en hidrocarburos aromáticos, se retira de la otra extremidad del sistema y se alimenta a un separador preliminar, con preferencia aislado, operado a una presión no mayor, y con preferencia menor, que la mantenida en el extractor. Al separador preliminar debe suministrársele poco o ningún



209590

calor, aparte del contenido en el extracto, y los vapores del aromático de ebullición más baja presente y de cualesquiera aromáticos extractados al mismo tiempo que hiervan a o por debajo de la misma temperatura son libertados continuamente a un condensador desde el cual el condensado puede enviarse a bomba al extractor como reflujo, entrante cerca de la extremidad desde la cual se retiró el extracto. Alternativamente, y ventajosamente, los vapores procedentes del rectificador preliminar pueden conducirse a una pequeña columna rectificadora desde la cual los no aromáticos ligeros pasan como cabezas, y, después de la condensación, son enviados a bomba al extractor en un punto más cercano al centro que aquél en el cual se devolvió el reflujo más altamente aromático cerca de la extremidad del sistema. La parte restante y generalmente mayor del extracto abandona el fondo del separador preliminar y pasa a una columna rectificadora principal desde la cual los aromáticos pasan como cabezas a un sistema rectificador para la separación final de los aromáticos. El rectificador principal puede operarse a presión atmosférica o bajo vacío. Con la mayor conveniencia se hace operar a presión atmosférica como alambique de vapor parcial, inyectándose pequeñas cantidades de vapor de agua cerca del fondo de la columna para formar un "cojín" de vapor de agua que protege al disolvente caliente contra la degradación. Parte del vapor de agua sirve para expulsar los azeotropos acuosos de los aromáticos a temperaturas por debajo de los puntos de ebullición normales de esos hidrocarburos. El disolvente selectivo



25 JUL

209590

se retira de la parte inferior del rectificador calentado y es devuelto al extractor, usualmente a una temperatura suficiente para calentar los fluidos del mismo a la deseada temperatura de extracción.

5

La porción ligera previamente rectificada del extracto que es devuelta como reflujo al extractor aumenta considerablemente la selectividad del extractante en condiciones que dan una capacidad portante constante al disolvente y aumenta la capacidad portadora del disolvente en las condiciones que dan selectividad constante. Así, cualesquiera no aromáticos devueltos tienden el efecto de alterar la relación inicial de tales materiales en el material de alimentación, y tienden a disminuir la proporción de tales no aromáticos que pasan al extracto y a aumentar la proporción de los materiales tales que van al refinado. Al mismo tiempo, la fracción aromática ligera devuelta al extractor aumenta la capacidad de la fase disolvente para los hidrocarburos aromáticos. El resultado neto es la extracción sustancialmente completa de los aromáticos, conteniendo el extracto solo un mínimo de no aromáticos ligeros. Aunque la capacidad portadora de los extractantes glicólicos para las mezclas de diversos hidrocarburos aromáticos (por ejemplo, benceno, tolueno y xilenos) no es tan grande como para un solo hidrocarburo aromático, el poder de extracción de tales disolventes sobre alimentaciones mixtas de amplia gama de ebullición resulta casi tan grande como sobre alimentaciones de gama de ebullición restringida cuando la mayoría

10

15

20

25

25 J



209590

de los hidrocarburos aromáticos más ligeros presentes se devuelve como reflujo.

Las solubilidades relativas de diversos hidrocarburos aromáticos en glicol dietilénico se muestran en la Tabla siguiente, en % en peso.

5

Glicol anhidro      Glicol con 2% de agua

	25°C	25°C	150°C
Benceno	31,3	25	52,6
Tolueno	17,2	13,3	21,8
10 Xilenos	8,7	7	14

Una preferencia similar es mostrada por otros glicoles para los hidrocarburos aromáticos más ligeros. El uso del aromático más ligero presente como reflujo al extractor da como resultado un poder portador aumentado para todos los aromáticos, mientras que la devolución de aromáticos mixtos como reflujo no puede conseguirlo. Para ilustrar esto, supongamos que la alimentación mixta empleada es tal que dé al extractor, en tiempo-unidad, 10 partes en peso de benceno, 20 partes de tolueno y 20 partes de xileno, y que, en el mismo tiempo-unidad, han de recuperarse 50 partes en peso de los aromáticos mixtos, usando una relación de reflujo de 4 partes de aromático devuelto al ciclo por cada parte en peso de aromático recuperado. Suponiendo primero el uso de un reflujo mixto que contiene todos los constituyentes aromáticos de la alimentación, en las proporciones en las cuales existen en ella, los resultados deseados se obtienen en las condiciones siguientes:

25



209590

	Aromáticos totales del extractor.		Reflujo		Producto al rectificador	
	Peso %	Peso por unidad de tiempo	Peso por %	Peso por unidad de tiempo	Peso por %	Peso por unidad de tiempo
5 Benceno	20	50	20	40	20	10
Tolueno	40	100	40	80	40	20
Xileno	<u>40</u>	<u>100</u>	<u>40</u>	<u>80</u>	<u>40</u>	<u>20</u>
Total	100	250	100	200	100	50

10 Por tanto, debe hacerse circular de nuevo bastante disolvente para dar capacidad portadora para 5 veces tanto tolueno y xileno como se está introduciendo en el extractor, para efectuar la extracción total de los aromáticos. Cuando, por el contrario, sólo se devuelve el benceno como reflujo, las siguientes condiciones darán la recuperación deseada completa de aromáticos:

15

	Aromáticos totales del extractor		Reflujo		Producto al rectificador.	
	Peso por %	Peso por unidad de tiempo	Peso por %	Peso por unidad de tiempo	Peso por ciento	Peso por unidad de tiempo
Benceno	84	210	100	200	20	10
Tolueno	8	20	-	-	40	20
Xilenos	<u>8</u>	<u>20</u>	<u>-</u>	<u>-</u>	<u>40</u>	<u>20</u>
Total	100	250	100	200	100	50

En este caso, solo necesita hacerse circular de nuevo la cantidad de disolvente para dar capacidad portadora para las cantidades de tolueno y xilenos que están siendo alimentados al extractor. El efecto del reflujo de benceno en el

25 JUN



209590

de dar al disolvente una potencia portadora para los aromáticos mixtos que se aproxima a la del mismo disolvente para el benceno solo.

5 La práctica del invento puede comprenderse y se describirá con referencia a los dibujos anejos, en los cuales

La figura 1 es un diagrama de paso del procedimiento del invento; y

10 la figura 2 es un diagrama de paso de una modificación del proceso.

Con referencia primero a la figura 1, alimentación hidrocarburada líquida mixta que contiene hidrocarburos tanto no aromáticos como aromáticos, se introduce mediante la bomba 10 a presión a un extractor 11 de etapas múltiples en contra-corriente en un punto cercano al centro del extractor. Un disolvente selectivo para los hidrocarburos aromáticos, que sea esencialmente inmiscible con los constituyentes de hidrocarburos alifáticos de la alimentación, y que está a una temperatura de por encima de 40°C, y con preferencia de 80° a 125°C, se introduce por la bomba 12 y la tubería 13 a presión al extractor 11 cerca de un extremo del mismo. Un refinado, sustancialmente libre de constituyentes aromáticos, se retira del mismo extremo del extractor 11 por la tubería 14 y la válvula de estrangulación 15. El extracto rico en aromático se retira de la otra extremidad del extractor 11 por la tubería 16 y la válvula de estrangulación 17 o un medio equivalente para mantener



25 J

209590

una diferencia de presión entre el extractor y la salida de la tubería 16. Dicho extracto fluye de la tubería 16 a un separador preliminar 18 que está a una presión menor que la del extractor. Las fracciones extremas ligeras del contenido aromático del extracto, usualmente benceno, juntamente con la mayoría de la parte alifática ligera del extracto, sale del separador preliminar 18 por la tubería 19 al condensador 20, donde se condensa y devuelve por la tubería 21 y la bomba 22 al extractor 11 cerca de la extremidad del mismo de la cual se retira el extracto. Aunque usualmente no será necesario, puede aportarse calor al separador previo 18 mediante el re-hervidor 23. Las colas del separador previo 18, que consisten en todo el disolvente de la fase extracto, todos los aromáticos superiores, y la misma cantidad de benceno que hay en la alimentación original, fluyen por la tubería 24 a un separador principal 25. Es suministrado calor a la columna 25 por el re-hervidor 26, y la destilación de los aromáticos del extracto puede facilitarse y el contenido de agua del disolvente puede ajustarse, por inyección de vapor de agua a la columna 25, cerca de su parte inferior. Los aromáticos pasan como cabezas desde la columna 25 en forma de vapor por la tubería 27 al condensador 28, bajo vacío si se desea. Los aromáticos condensados pueden libertarse luego de agua y rectificarse para separar y recuperar fracciones comercialmente puras. El disolvente separado se retira como colas de la columna 25 a través de la tubería 13 y la bomba 12 para su devolución al extractor 11. La temperatura del



209590

disolvente así devuelto es usualmente lo bastante alta para calentar el contenido del extractor a la deseada temperatura de extracción que está por encima del punto de ebullición del aromático más ligero de la alimentación a la presión que reina en el separador preliminar 18.

En el método representado diagramáticamente en la figura 2, los extremos ligeros del extracto, con inclusión del aromático más ligero de la alimentación, se separan del rectificador 18 por la tubería 30 a una columna 31 equipada con un re-hervidor 32 y condensador 33. Se mantiene un reflujo suficiente a la columna 31 para separar las fracciones extremas ligeras no aromáticas de la porción predominantemente aromática (benceno) del material tratado en la columna 31. El condensado no aromático procedente del condensador 33 es devuelto por la tubería 34 y la bomba 35 al extractor 11, entrando con la máxima ventaja en un punto entre el punto central de entrada de la alimentación mixta bruta y la extremidad desde la cual se separa el extracto rico en aromáticos. Las colas muy aromáticas, con usualmente 90% o más de benceno, procedentes de la columna 31, se devuelven por la tubería 36 y la bomba 37 al extractor en un punto más cercano a la extremidad desde la cual se retira el extracto que el punto en el cual la tubería 34 devuelve el reflujo predominantemente no aromático. El proceso representado por la figura 2 es por lo demás lo mismo que el descrito con respecto a la figura 1.

El extractor 11 se ilustra como si fuera una



209590

columna vertical, pero debe entenderse que puede ser cualquier sistema extractor de etapas múltiples en contracorriente, capaz, en cada etapa, de funcionar a presión suficiente para mantener todos los componentes, tanto de la fase hidrocarburo como de la fase extracto, en el estado líquido a la temperatura de funcionamiento. Así, el sistema de extracción puede comprender una serie de recipientes cerrados, provistos de medios mezcladores y sedimentadores, desde los cuales la fase de refinado fluye en una dirección y la fase extracto en la otra.

En las operaciones consideradas en la solitud antes citada, la fase extracto es llevada a un separador desde el cual el contenido aromático total es tomado como cabezas, y la mayor parte del destilado aromático mixto resultante se devuelve como reflujo al extractor. Por tanto, el reflujo, en ese método anterior, tiene esencialmente la misma mezcla de aromáticos en aproximadamente las mismas proporciones que la mezcla contenida en la alimentación inicial. Para efectuar una separación completa en una unidad, de ese modo, se requiere considerablemente más calor que en el presente método. Las cantidades respectivas de vapor de agua requeridas para separar benceno, tolueno y los xilenos del extracto son progresivamente mayores, y el volumen de extracto a separar es grande en el proceso anterior, a causa de la limitada capacidad portadora del disolvente cuando los aromáticos mixtos se devuelven como reflujo. Cuando se tratan alimentaciones de amplia gama de ebu-



25

209590

llición para libertarias de la mezcla de aromáticos que contienen, la mayor parte de los no aromáticos encontrados en el extracto hierven cerca del benceno. Por tanto, la separación preliminar del extracto para separar la mayor parte del benceno da una mezcla que va al separador final, en el presente procedimiento, con muchos menos no aromáticos que el extracto alimentado al separador único del proceso anterior.

Los siguientes ejemplos de contraste se realizaron usando la misma alimentación hidrocarburada mixta, el mismo disolvente, las mismas condiciones de presión y de temperatura en la zona de extracción, y una relación constante de disolvente a alimentación de 10 a 1 para extraer 98% de los aromáticos de la alimentación. El material alimentado en cada caso era una gasolina con una gama de ebullición de 66 a 149°C, que había sido reformada por contacto con un catalizador de platino en el denominado procedimiento de "platreforma" descrito en Industrial and Engineering Chemistry, vol. 42, pág. 582 (1950). Esta alimentación contenía 5,5% en peso de benceno, 24,5% de tolueno, y 26,8% de xilenos y aromáticos superiores. El disolvente usado era glicol dietilénico conteniendo 2% de agua, y la temperatura en el extractor se mantuvo a 50-60°C. Cuando se usó un solo separador y una parte de los aromáticos mixtos se devolvió al extractor como reflujo, la capacidad portadora del disolvente para los aromáticos presentes fué de 10%, y la cantidad de reflujo era necesariamente limitada al peso

25 JUN



209590

de la alimentación o de aproximadamente 1,75 veces el peso de aromáticos totales que se estaban recuperando para impedir pérdidas de aromáticos al refinado. En estas condiciones, la pureza del producto aromático era sólo de aproximadamente 90%, siendo el resto una mezcla de impurezas parafínicas y olefínicas. A modo de contraste, cuando el extracto se separó previamente como en el método bosquejado en la figura 1 y las cabezas de benceno y no aromáticos ligeros procedentes del separador preliminar se devolvieron como reflujo, la capacidad portadora del disolvente para los aromáticos resultó ser de 20% y pudieron usarse 3,5 Kgs. de reflujo por Kg. de producto recuperado sin pérdida de aromáticos al refinado. El producto aromático alimentado desde el separador final 25 a los rectificadores consistía en 97,5% de aromáticos y sólo 2,5% de no aromáticos fácilmente separables. Cuando se use el procedimiento ilustrado en la figura 2, en condiciones por lo demás iguales, la pureza de los aromáticos recuperados se aumentó todavía a aproximadamente 98%. En los ejemplos que anteceden, el disolvente en cada caso estaba llevando su capacidad de aromáticos cuando abandonaba el extractor, y cualquier aumento en la relación de reflujo, o disminución, en la relación de disolvente a alimentación, dió como resultado pérdida de aromáticos al refinado, mientras que cualquier disminución en la relación de reflujo o aumento en la relación de disolvente a alimentación dió como resultado un aislamiento de un producto más impuro.

Se ha mostrado que la naturaleza de la co-

25 JUN.



209590

5 rriente de reflujo influye considerablemente sobre la capacidad portadora del disolvente y que la devolución de fracciones extremas ligeras como reflujo aumenta la selectividad del disolvente. Por consiguiente, a una relación dada disolvente a alimentación, el método presente da un producto aromático más puro que los métodos anteriores y, a la inversa, un producto aromático de cualquier calidad dada puede obtenerse en este método cuando se usa una menor relación de disolvente a alimentación que la que se requiere para hacer tal producto en los procesos anteriores.

10 El presente procedimiento reduce al mínimo los problemas que se originan de la presencia de olefinas en el extracto. Se ha mostrado que la mayoría de estas olefinas se separan del producto en el separador preliminar 18 y son devueltas como reflujo al extractor. Se ha observado antes que las olefinas tienden a concentrarse en fracciones que hierven por debajo del benceno, entre el benceno y el tolueno, y entre el tolueno y los aromáticos superiores, tales como los xilenos. Esto permite una separación aproximadamente completa de las pequeñas cantidades de olefinas que llevan a la etapa rectificadora del presente procedimiento como cabezas y fracciones medias. Cualesquiera pequeños vestigios pueden separarse si se desea por tratamiento con arcilla, por cloración, o por tratamiento con ácido sulfúrico, pero se encuentra que la rectificación sola de aromáticos individuales con bajos valores de índice de bromo (Analytical Chemistry, 19, 869 (1947)) dentro de los límites de tolerancia para las

25 JU



209590

calidades industriales de esos aromáticos. El procedimiento da una fracción bencénica consistentemente que solidifica a 5,2° a 5,5°C y es adecuado para prácticamente todas las finalidades industriales y químicas sin ulterior tratamiento.

5 Los productos toluénicos y xilénicos son de calidades "industriales" o mejores, según se definen en las normas de la A.S.T.M.

El procedimiento del invento puede emplear cualquiera de los glicoles o mezclas de los mismos arriba sugeridas. El disolvente glicólico empleado debe ser uno que sea sustancialmente inmiscible con hidrocarburos no aromáticos, para impedir pérdidas sustanciales de disolvente en el refinado libre de aromáticos. Algunos glicoles son miscibles con hidrocarburos no aromáticos cuando son anhidros, pero resultan sustancialmente inmiscibles con ellos cuando se disuelven en el glicol pequeñas cantidades de agua. En las reivindicaciones anejas, por tanto, la expresión "disolvente selectivo glicólico" pretende dar a entender cualquier glicol, o mezcla de glicoles, junto con tal cantidad de agua como pueda ser necesaria para evitar la miscibilidad sustancial con el refinado predominantemente no aromático a la temperatura que reina en el exterior. Si el glicol usado tiende a seguir al refinado, es conveniente introducir una pequeña cantidad de agua en contra-corriente con el refinado para extraer el glicol de ella. El agua empleada, en gracia a la conveniencia, puede ser la que es separada de los aromáticos en las

10  
15  
20  
25

209590



etapas de separación y rectificación.

Esta solicitud, que corresponde a la presentada en los Estados Unidos de América el 2 de Junio de 1952, bajo el nº 291.191, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

- O - N O T A - O -

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

- 10                    1ª. - Un procedimiento para la separación de una pluralidad de hidrocarburos aromáticos de la serie bencénica de una mezcla de los mismos con hidrocarburos no aromáticos, que comprende introducir la mezcla en un sistema de extracción de fases múltiples en contra-corriente en un punto intermedio; introducir un disolvente selectivo
- 15                    glicólico, que es en esencia inmiscible con hidrocarburos no aromáticos, dentro de una extremidad del sistema en contacto de extracción con la fase hidrocarburo del mismo; mantener el sistema de extracción bajo presión suficiente para
- 20                    mantener líquido el contenido fluyente, y mantener el con-



tenido fluyente de la zona de extracción a una temperatura por encima de 40°C; retirar refinado sustancialmente libre de aromáticos y libre de glicol de la misma extremidad del sistema que aquélla en la cual se introdujo el disolvente; retirar el extracto glicólico rico en aromáticos de la otra extremidad del sistema; realizar una separación previa de dicho extracto en condiciones evaporativas para poner en libertad la mayoría de aromático más valioso del mismo junto con no aromáticos de volatilidad equivalente; condensar los vapores así liberados y devolver el condensado al sistema de extracción cerca de dicho otro extremo; conducir el resto del extracto a una zona calentada; separar los hidrocarburos aromáticos del disolvente en dicha zona; someter los hidrocarburos aromáticos a rectificación y devolver el disolvente, sustancialmente libre de hidrocarburos, al sistema de extracción.

2º. - El procedimiento según se reivindica en el punto 1, en el cual los vapores previamente separados del extracto se fraccionan para formar una porción de cabeza rica en no aromáticos y una porción de cola que consiste principalmente en el hidrocarburo aromático más volátil de la alimentación original; las colas aromáticas se devuelven al sistema de extracción cerca del extremo del cual se saca el extracto, y la porción de cabeza se condensa y devuelve al sistema de extracción en un punto entre dicho extremo y el centro.

3º. - El procedimiento según se reivindica

25 JUN



209590

en el punto 1, en el cual la alimentación contiene benceno y cantidades significativas de aromáticos superiores de la serie bencénica, y los hidrocarburos puestos en libertad del extracto para devolución al extractor son principalmente benceno y no aromáticos más ligeros.

4<sup>a</sup>. - El procedimiento según se reivindica en el punto 1, en el cual la alimentación contiene benceno y cantidades significativas de aromáticos superiores de la serie bencénica, y la temperatura en la zona de extracción se mantiene por encima de 80°C y por debajo de 125°C.

5<sup>a</sup>. - El procedimiento según se reivindica en el punto 1, en el cual el disolvente selectivo empleado es predominantemente glicol dietilénico.

6<sup>a</sup>. - El procedimiento según se reivindica en el punto 5, en el cual el glicol dietilénico contiene de 0,5 a 10 por ciento en peso de agua.

7<sup>a</sup>. - El procedimiento según se reivindica en el punto 1, en el cual la temperatura en el sistema de extracción se mantiene principalmente por el disolvente caliente devuelto a ese sistema de la zona de separación calentada.

8<sup>a</sup>. - El procedimiento según se reivindica en el punto 1, en el cual el sistema de extracción es operado a presión superatmosférica y a una temperatura por encima del punto de ebullición a la presión atmosférica del aromático más volátil presente, y la corriente de reflujo se obtiene destilando los vapores de dicho aromático del

25 JUN



209590

extracto a una presión menor en la zona de separación pré-  
via.

5 9ª. - Un procedimiento para la separación de una pluralidad de hidrocarburos aromáticos de la serie ben-  
cénica de una mezcla de los mismos con hidrocarburos no aro-  
máticos.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que  
antecede, representado en el dibujo que se acompaña y con  
los fines que se han especificado.

10 Esta Memoria consta de veintitres hojas es-  
critas por una sola cara.

25 JUN. 1953  
Madrid,

P. A.

*E. A. S. S. S. S.*  
Sizabara  
Rodan



209590

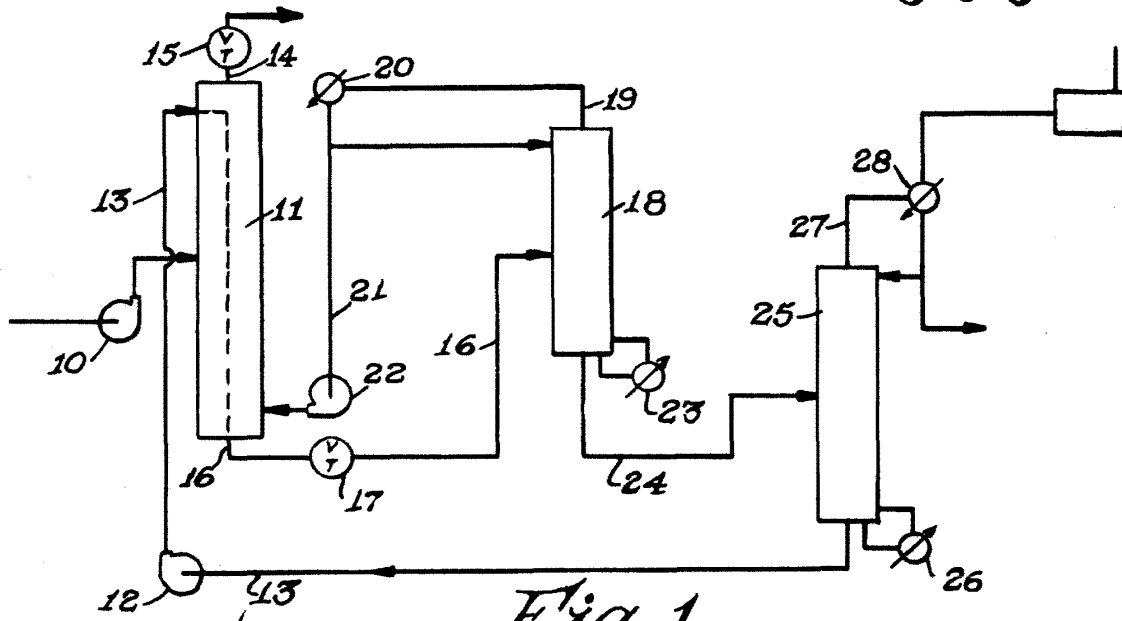


Fig. 1

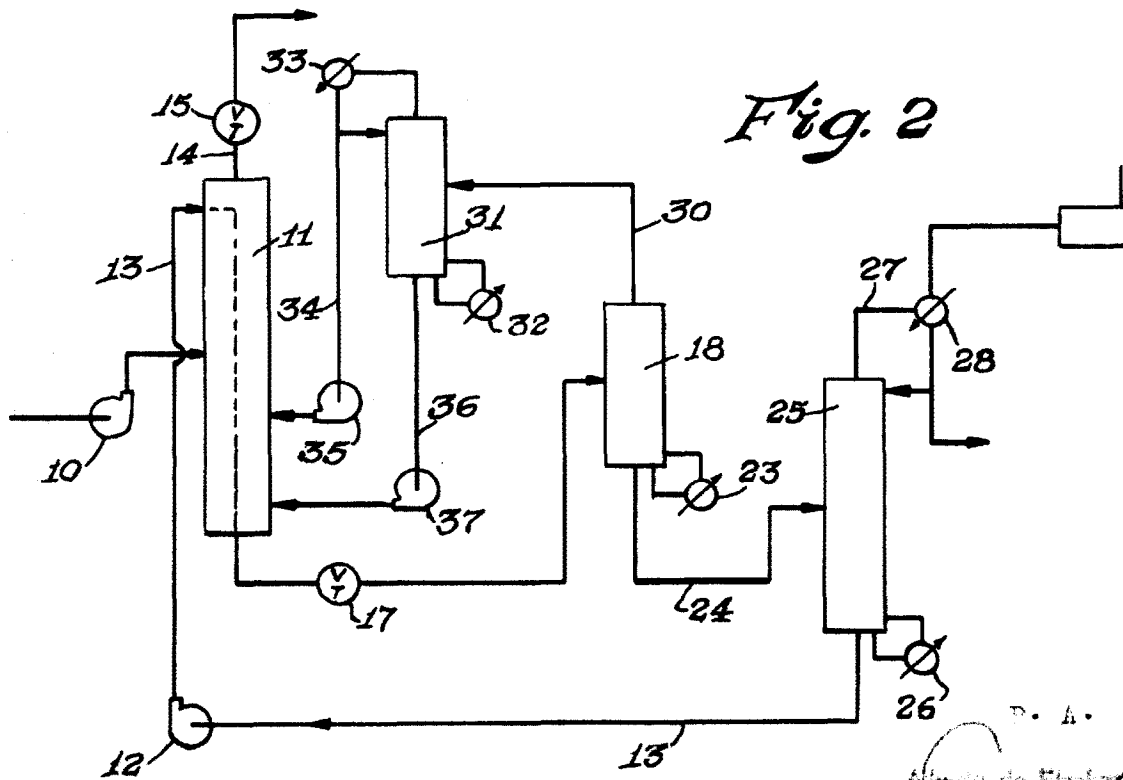


Fig. 2

P. A.  
Ayuntamiento de Madrid  
1910