

21 JUL 1959



250940

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar

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

e n

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de UNIVERSAL OIL PRODUCTS COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 30 Algonquin Road, Des Plaines, Illinois, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO CONTINUO DE SORCION".

La presente invención se refiere a un proceso continuo de sorción para el fraccionamiento de una mezcla fluida de carga de componentes en el que uno de los componentes de la mezcla es selectivamente sorbido durante el contacto con un sorbente sólido dotado de una sorbencia selectiva para dicho componente, el componente no sorbido de la mezcla de carga es retirado de su contacto con el sorbente, y el componente selectivamente sorbido es desplazado del sorbente por un desorbente fluido. La invención proporciona un método de separación de una mezcla de componentes de distinto grado de sorbencia sobre un sorbente sólido estacionario de manera continua, simulando un contacto a contracorriente ininterrumpido de las

250940



distintas corrientes del proceso con el sorbente sólido.

El proceso continuo de sorción conforme a este invento comprende las etapas de: mantener una circulación cíclica continua de fluido, sucesivamente a través de cuatro zonas de tratamiento, conectadas en serie, de una masa estacionaria del sorbente sólido, y volviendo desde la salida de la última zona a la entrada de la primera zona; introducir continuamente en el fluido de circulación y por la entrada de la primera zona la mezcla fluida de carga; retirar continuamente del fluido en circulación y por la salida de la primera zona el componente no sorbido; introducir desorbente en el fluido de circulación, continuamente y por la entrada de la tercera zona; retirar continuamente del fluido en circulación y por la salida de la tercera zona el desorbente y el componente selectivamente sorbido; y hacer avanzar periódicamente las cuatro zonas de la masa estacionaria de sorbente, mediante avance simultáneo del punto de introducción de la mezcla de carga, del punto de retirada de componente no sorbido, del punto de introducción de desorbente, y del punto de retirada de desorbente y de componente selectivamente sorbido, por incrementos iguales a lo largo del camino de circulación de fluido continuamente circulante.

En cada uno de los avances periódicos de las cuatro zonas del presente proceso, los puntos de (1) introducción de la corriente de mezcla de carga, (2) introducción de la corriente de desorbente, (3) retirada de la corriente de componente no sorbido y (4) retirada de la corriente de desorbente y componente selectivamente sorbido son trasladados simultáneamente por incrementos iguales en el sentido del flujo del fluido en circulación. El incremento de avance periódico de las corrientes de entrada y salida no sobrepasa por lo general la extensión

250940



21 JUL 6

de una zona, y para mayor ventaja es igual a sólo una fracción de la misma (tal como una mitad, un tercio o una fracción aún menor de una zona, aunque, preferiblemente, no menor de un décimo de zona). Cuando la suma de una pluralidad de incrementos sucesivos llega a ser igual a la longitud total del camino o recorrido cíclico del fluido en circulación a través de la serie de cuatro zonas, se alcanza el punto de comienzo completándose un ciclo de avances periódicos de las cuatro zonas, y este ciclo se repite después sin interrupción en el flujo circulatorio de las corrientes de entrada y salida. De ese modo se obtiene un tratamiento continuo de la mezcla de carga con el sorbente estacionario, de modo concomitante con la continua descripción y retirada de componente selectivamente sorbido, con respecto al sorbente sólido, sin quitar de la trayectoria cíclica del fluido circulante parte alguna de la masa estacionaria de sorbente sólido.

Sabido es ya que se pueden poner diversos sorbentes sólidos, de composición y estructura específicas, en contacto con una mezcla de componentes que difieren entre sí en su sorbencia relativa para con el sólido, habilitándose de tal modo un medio de segregar los componentes individuales con arreglo a su estructura. Este tipo de procedimiento de separación viene aplicándose a mezclas de compuestos tanto inorgánicos como orgánicos, y ha encontrado una de sus más frecuentes aplicaciones en el campo de la separación de mezclas de hidrocarburos cuyos componentes difieren por lo que respecta a sus clases estructurales. Este procedimiento es particularmente aplicable a la separación de mezclas que sólo con dificultades pueden ser separadas por otros medios de separación, tales como la destilación fraccionada. Un tipo de sorbente

250940



sólido, caracterizado en general por poseer propiedades de "adsorción", adsorbe selectivamente aquel de los componentes de una mezcla de compuestos orgánicos que tiene el grado relativo de polaridad más elevado. La capacidad de adsorción y retentividad de tal adsorbente para con el sorbato (esto es, para con el componente selectivamente adsorbido de la mezcla de carga por el adsorbente) depende de la disponibilidad de una gran área superficial sobre o en las partículas de adsorbente, de la presencia de un radical polar o de un enlace no saturado en la estructura del sorbato, y de la falta de tales grupos polares o enlaces de no saturación en la estructura del componente de carga que es menos sorbido por el adsorbente sólido. Adsorbentes típicos de este género son, por ejemplo, sólidos tales como gel de sílice (deshidratado), carbón activado, los silicatos de aluminio (tales como las diversas arcillas y los gels de sílice activados, que incluyen ejemplos tan típicos como la arcilla de Attapulugus, la montmorillonita y los compuestos sintéticos deshidratados de alúmina y sílice activados mediante caldeo a una temperatura próxima, aunque un poco inferior, al punto de fusión aproximado del compuesto), alúmina activada, particularmente gamma alúmina, así como otros materiales de carácter similar que adsorben tales compuestos polares o no saturados en virtud de atracción electrostática para con el componente de la mezcla de carga que contiene los grupos polares o no saturados y que retienen una capa de componente sorbato, de espesor monomolecular, sobre la superficie de sorbente. Ejemplos típicos de materia prima de carga que puede ser sometida a separación por contacto con un adsorbente sólido activado incluyen: las fracciones hidrocarbурadas parafínicas (tales

250940



como una fracción de gasolina) que contienen mercaptanos y/o
aminas, siendo estos últimos compuestos polares selectivamen-
te retenidos sobre las partículas de adsorbente; las mezclas
de parafinas y olofinas en las que el componente olefínico es
5 el selectivamente adsorbido por el adsorbente sólido; mezclas
de hidrocarburos aromáticos y no aromáticos en las que el cons-
tituyente aromático es selectivamente adsorbido por el adsor-
bente sólido; mezclas de vapor de agua y un gas inerte, tal como
el nitrógeno o el aire que contiene humedad (siendo la humedad
10 selectivamente adsorbida); y mezclas de fenoles y/o compues-
tos de azufre tales como el tiofeno con hidrocarburos líqui-
dos, siendo el compuesto fenólico o de azufre selectivamente
adsorbido.

Otro tipo de separación, en el que un adsorbente só-
lido sirve para separar mezclas de compuestos orgánicos en vir-
15 tud de una diferencia de estructura de los componentes de la
mezcla de carga, es el denominado de "clatración". Según es-
te método se ponen en contacto partículas sólidas de ciertas
anidas, tales como la urea y la tiourea, con una mezcla de con-
puestos orgánicos a separar, y el componente que tiene una con-
20 figuración de cadena relativamente recta forma selectivamente
un "clatrato" o aducto sólido con el sorbente, con exclusión
de los componentes de cadena ramificada que no forman clatra-
to, cuando se utiliza la urea como agente separador; sólido
25 o bien el aducto o clatrato es formado por el sorbente con el
componente de cadena ramificada, con exclusión selectiva del
componente de cadena recta presente en la carga, cuando se
utiliza como sorbente la tiourea. Así, una mezcla de compues-
tos orgánicos que difieren en estructura en virtud de la pre-
30 sencia, en la misma mezcla, de componentes de cadena recta,

250940



5 do cadena ramificada o cíclicos, se puede poner en contacto
on fase líquida con partículas sólidas de urea; se descubrirá
que los componentes de cadena recta de la mezcla son retenidos
selectivamente por las partículas de urea en forma de "clatra-
to" insoluble, mientras los componentes de cadena ramificada
de la mezcla pueden ser retirados separadamente del clatrato
cristalino resultante. Por otra parte, es posible poner en
contacto la misma mezcla de compuestos orgánicos con tiourea,
y se encontrará que los componentes de cadena ramificada de
10 la mezcla formarán un clatrato con la tiourea, mientras los
componentes de cadena recta, que no llegan a formar clatrato
con la tiourea, pueden retirarse por separado para su recup-
ración. El método de separación a base de utilizar urea o
tiourea tiene un amplio campo de aplicación en la separación
15 de mezclas de compuestos orgánicos y es particularmente útil
para separar de hidrocarburos de cadena recta mezclas de hi-
drocarburos de cadena ramificada y/o hidrocarburos cíclicos.

Otro tipo todavía de separación a base de utilizar un
sorbente sólido es el procedimiento de "sorción", en el que se
20 emplean partículas sólidas de un sorbente poroso que selecti-
vanente ocluyen en la estructura porosa del sorbente los com-
ponentes de cadena recta de una mezcla de carga de compuestos
orgánicos, pero que no permite a los componentes de cadena
ramificada de la carga entrar en los poros del sorbente. Los
25 poros que presenta un sorbente típico de este género son de un
diámetro de sección recta de 4 a 5 ⁰ angstroms, y el sorbente
es ilustrado por material caracterizado como un aluminosili-
cate metálico deshidratado, escogiéndose el metal constitutivo
del mismo de entre los metales alcalinos y alcalino-térreos.
30 Así, puede separarse fácilmente un compuesto de estructura

250940



cíclica o de cadena ramificada, tal como el 2,3-dimetilbutano o ciclohexano como refinado no sorbido de un compuesto que tenga una estructura de cadena recta, tal como n-exano (siendo la mezcla inicial ordinariamente muy difícil de separar mediante destilación fraccionada), poniendo en contacto la mezcla de estos exanos con partículas sólidas de un sorbente de aluminosilicato metálico deshidratado; como podrá verse, el "refinado" o efluente no sorbido quedará enriquecido con respecto a los constituyentes cíclicos y de cadena ramificada (si los hay en la mezcla de carga) cuando la cantidad de sorbente es puesto en contacto con el material de carga sea suficiente para ocluir todos o esencialmente todos los componentes de cadena recta o normal de la mezcla. Estos sorbentes sólidos, denominados asimismo "tamices moleculares" pueden prepararse coprecipitando o combinando de otro modo alúmina, sílice y el óxido del metal en cuestión tal como un derivado de óxido hidróxido de un metal alcalino (por ejemplo, sodio, litio o potasio) o de un metal alcalino-térreo (por ejemplo, calcio, magnesio, bario o estroncio) hasta formar una mezcla uniforme e íntimamente dispersa de sílice alúmina y el óxido o hidróxido metálico, eliminando el agua sobrante de los óxidos mezclados y caldeando a continuación la mezcla dispersa de recuperación a una temperatura a la cual se elimine de las partículas, por evaporación, el agua de hidratación. Se prefiere a menudo calcinar la mezcla de óxidos deshidratados resultante a una temperatura comprendida entre unos 200°C y unos 400°C para desarrollar rigidez estructural y resistencia mecánica de partículas.

Otro tipo de proceso de separación al cual es aplicable la circulación del presente procedimiento es el que implica una

250940

21



reacción química con un sorbente sólido (reactivo) mantenido en su lugar como lecho fijo, siendo el componente sorbible (el otro reactivo) suministrado en una corriente fluida que lo contiene. De tales separaciones es típica la de extracción de metales alcalino-térreos de las llamadas aguas "duras", ablandando de ese modo a estas últimas y/o desionizándolas. Así, puede ser introducida una corriente de agua dura, como carga, en un llamado depósito de "ablandamiento" relleno de un lecho fijo de partículas de coolita o de una resina sulfonada reactiva con los metales alcalino-térreos, de modo que el lecho de agente de ablandamiento elimina selectivamente los iones de metal alcalino-térreo que originan la dureza y produce un efluente de agua ablandada, exenta de iones. La introducción de una solución regeneradora, tal como una solución acuosa de cloruro de sodio (para ablandadores de agua del tipo de la coolita y de las resinas sulfonadas), es equivalente a la corriente de desorbente, cuyos caracteres se exponen más adelante como mayor detalle, y que actúa de agente de desplazamiento en el lecho de agente de ablandamiento. En otros procesos típicos de este género, una corriente acuosa portadora de iones, tal como una solución de azúcar que contenga iones cloruro o iones sulfato en solución, es desionizada por contacto con una resina desionizadora tal como una resina insoluble que contenga grupos anídicos o anínicos, y se utiliza como sorbente en el depósito desionizador.

El presente proceso continuo de sorción es aplicable a todos los tipos de separación mencionados utilizando un sorbente sólido cuya sorbencia puede ser restablecida o restaurada en un subsiguiente tratamiento del sorbente "agotado", ya sea del tipo de adsorción superficial, del de "clatración"

8-

250940



o del de tamiz molecular. Ahora bien, el presente método es particularmente aplicable a separaciones en las que se utilicen sorbentes relativamente inestables en estructura y que, por tanto, no permitan la renovación del sorbente sólido de una zona a la otra sin sufrir una pérdida de actividad y utilidad por atricción o frotamiento y otras consecuencias de su inestabilidad estructural. A los fines de esta descripción y para expresar los conceptos genéricos del presente invento, los diversos métodos de separación, cada uno de los cuales implica el uso de sólidos que se combinan selectivamente de alguna forma con al menos un componente de una mezcla fluida de componentes de carga formando un sólido diferente o "gastado" y ya se trate de "elatración" adsorción, oclusión o reacción química, quedarán designados aquí bajo la denominación de "sorción" y con el uso de este último término se pretende incluir aquí todos y cada uno de los tipos de separación arriba indicados.

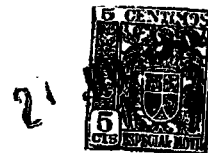
El presente proceso se caracteriza por ser "cíclico" y "continuo". Se pretende con ello definir un método en el que las diversas corrientes de entrada y salida son introducidas y retiradas, respectivamente, de manera continua mientras la masa de sorbente sólido permanece en posición esencialmente estacionaria dentro del sistema de sorción, y las entradas de alimentación y desorbente y las salidas de retirada del producto son trasladadas simultáneamente en magnitudes iguales a intervalos periódicos durante la circulación cíclica de fluido a través del sistema. Aun cuando el sorbente sólido permanece en situación estacionaria, se establece de ese modo una disposición de circulación simulada a contracorriente, puesto que todas y cada una de las porciones de la masa

250940



de sorbente sólido sirven sucesivamente a los fines de la cuarta, la tercera, la segunda y la primera zonas en un ciclo de funcionamiento (esto es, en un ciclo completo de periódicos avances de las cuatro zonas de tratamiento) mientras que el sentido general de circulación de fluido se efectúa en el sentido opuesto. La carga entra en la primera zona (que sirve de zona de sorción) en un punto en que el sorbente sólido está relativamente más gastado que el sorbente del punto de retirada de la corriente de refinado o del componente no sorbido desde esta zona de sorción, y la zona de sorción se hace avanzar periódicamente hacia una porción de sorbente que tiene su sorbencia restaurada.

El presente proceso puede asimismo considerarse como efectuado en una serie de cuatro zonas interconectadas de una sola masa estacionaria de sorbente sólido que no tiene más línea efectiva de demarcación entre zona y zona que los límites de zona definidos por los puntos de entrada y salida de las diversas corrientes de fluido. La primera zona, que recibe por su entrada la mezcla de carga, es denominada zona de "sorción". La segunda zona en el sentido de circulación del fluido a través de la masa de sorbente sólido es denominada zona de "rectificación primaria"; la siguiente, o tercera zona, es denominada de "desorción"; y la cuarta zona se designa aquí zona de "rectificación secundaria". Aun cuando para mayor sencillez estas zonas, que constituyen las zonas de tratamiento periódicamente adelantadas o zonas de contacto entre fluido y sorbente, se describen en cuanto sigue, con referencia a una forma típica de ejecución del invento, como definidas cada una por una serie de lechos fijos unidos entre sí, se ha de destacar que la masa total de sorbente sólido presente en estas se-



ries de lechos puede considerarse como un único lecho continuo confinado en una columna de contacto, en la que cada una de las zonas de tratamiento viene definida por los puntos de entrada y puntos de salida o retirada de las diversas corrientes que entran o salen del lecho. La columna de contacto, cuando se considera como limitativa de un lecho continuo estacionario de sorbente sólido, es de una longitud apreciablemente mayor que su anchura y preferiblemente contiene y limita un lecho largo y ténue, tal como un lecho de longitud mayor de cuatro veces (por ejemplo, ocho o diez) y hasta unas cuarenta veces el diámetro del lecho. En un tipo preferido de columna de contacto, este lecho se divide en una serie de lechos menores por medio de estrechamientos repartidos de modo sensiblemente uniforme a lo largo de la columna, de modo que tanto los estrechamientos como los compartimientos que se forman entre ellos contienen sorbente. Esta última disposición particularmente preferida se representa en los dibujos adjuntos, que más adelante se describen con mayor detalle. Las ventajas de constroñir o estrechar la masa estacionaria de sorbente formando una pluralidad de lechos y más particularmente al menos cuatro lechos o un número mayor de lechos que sea múltiplo de cuatro, tal como ocho, doce o dieciséis, y hasta cuarenta lechos, y de disponer puntos de entrada y salida para las diversas corrientes en los estrechamientos, son las siguientes: (1) impedir la mezcla de retroceso por convección de fluido en sentido opuesto al sentido general de circulación de fluido; y (2) una mayor facilidad de distribución de los fluidos que entran y salen de la columna de contacto a causa de la capacidad de eliminar de esa manera las pérdidas por canalización y otras, así como inconvenientes, de uniformidad.

250940



nidad de distribución. Dividiendo un lecho vertical de sorbente en lechos más pequeños por medio de tabiques, como se ilustra en la fig. 1 de los dibujos adjuntos, la carga de sorbente sólido se distribuye en una pluralidad de soportes intermedios, eliminándose de ese modo una acumulación de la totalidad del peso del sorbente sobre un solo soporte inferior del lecho de sorbente.

Las materias primas de carga adecuadas que pueden utilizarse en el proceso de esta invención se caracterizan por ser una mezcla fluida de dos o más componentes, uno de los cuales es sorbido sobre un sorbente sólido con relativamente mayor tenacidad que otro u otros componentes más, presente en la mezcla de carga. En vista de la posibilidad de aplicación del presente proceso a diversos tipos de sorción, que incluyen la adsorción superficial, la formación de clatratos y la oclusión molecular, tal como antes se ha dicho, puede utilizarse aquí como carga cualquier mezcla fluida de compuestos que contenga al menos un componente sujeto a cualquiera de los diversos fenómenos que determinan su retención selectiva por parte de un sorbente sólido.

Ejemplos típicos de particular aplicación del presente proceso de sorción son aquellos en que se utiliza un sorbente del tipo de tamiz molecular e incluyen: la separación de alcoholes normales, tal como el butanol normal, de alcoholes cíclicos o de cadena ramificada tales como el de alcohol terc-butílico o ciclohexanol; la separación de hidrocarburos alifáticos de cadena recta o normal, tales como, por ejemplo, n-pentano, n-hexano, n-octano y n-heptano, de olefinas y parafinas de cadena ramificada tales como, por ejemplo, 2,3-dimetilbutano y diisobutileno, respectivamente, o de hidrocarburos



250940

cíclicos tales como, por ejemplo, ciclohexano y metilciclopentano; la separación de las parafinas normales con respecto a una fracción hidrocarbonada de punto de ebullición comprendido en el margen de las gasolinas y que contiene naftenos e hidrocarburos aromáticos en mezcla con parafinas de cadena normal y ramificada; la separación de aldehidos de cadena recta que contienen al menos 4 átomos de carbono por molécula, de aldehidos cíclicos y de cadena ramificada; la separación de cetonas de cadena recta, tales como la metil-etil-cetona, de cetonas de cadena ramificada, tales la diisopropil cetona, o de cetonas cíclicas tales como la ciclohexanona; la separación de ácidos alifáticos de cadena recta con respecto a ácidos cíclicos o de cadena ramificada, como es la separación del ácido oléico de sus isómeros de cadena ramificada; y la resolución de mezclas de otras muchas clases de compuestos orgánicos que difieren en estructura dentro de la clase. La elección de un sorbente de tamaño molecular para uso en el proceso dependerá del tamaño molecular (esto es, el diámetro de sección recta) del componente a sorber.

El proceso continuo de sorción de fraccionamiento de una mezcla fluida de carga, de composición inorgánica u orgánica o mixta de inorgánica y orgánica, conforme a la presente invención, se ilustra en los dibujos adjuntos que se describen con referencia a una particular mezcla de carga de una parafina normal, tal como n-oxano, y una isoparafina o cicloparafina, tales como un dimetilbutano o ciclohexano, respectivamente, utilizando un sorbente sólido del tipo de tamaño molecular (a saber, un silicato de aluminio y calcio deshidratado que tiene poros de un diámetro de sección recta interna de 5 \AA). Como se comprenderá, al ilustrar así el tratamiento de una

250940



mezcla particular de carga, no se pretende con ello limitar el alcance de la invención necesariamente a la mezcla de carga, sorbente y proceso específico o condiciones de circulación que se indican. Asimismo, si bien el modo particular de funcionamiento, que se describe más adelante para ilustrar el proceso de la invención, implica la puesta en contacto de un fluido en fase esencialmente líquida con un sorbente sólido en una particular disposición de múltiples lechos estacionarios, se comprenderá que el funcionamiento en fase gaseosa o de vapor, así como otras disposiciones de lechos de sorbente, el empleo de corriente ascendente de fluido a través del sorbente y el empleo de otros tipos de equipo, han de considerarse comprendidos en el ámbito y alcance de la presente invención.

Durante el uso del sorbente sólido en el presente proceso, en una pluralidad de lechos fijos y en conductos de área reducida de sección recta entre cada dos lechos adyacentes, se dispone una bomba de fluido entre al menos un par de lechos contiguos que proporciona una corriente positiva y unidireccional de fluido. Una de las características esenciales del proceso es la de que se hace circular de modo continuo una corriente de fluido (ya sea en fase líquida o de vapor), llamado también fluido portador, a través de la serie de lechos, desde el primero al último de la serie, y volviendo al primer lecho. Al fluido continuamente circulante se le agregan al menos dos corrientes de entrada, y del fluido continuamente circulante se retiran al menos dos corrientes de fluido de salida, alternando los puntos de salida con los puntos de entrada. La carga de fluido entra por la entrada a uno de los lechos fijos de sorbente, la parte no sorbida de la carga (esto es, el residuo de la carga de fluido que queda después de la sorción de al menos

250940



una parte del material selectivamente sorbible del primer lecho de la sección de sorción del proceso) sale por el extremo opuesto del primer lecho de la sección de sorción y entra luego por la entrada del lecho inmediato siguiente de partículas sólidas de sorbente. Se dispone un solo lecho fijo de sorbente sólido, o un número suficiente de tales lechos fijos en serie, para construir la sección de sorción o primera zona de tratamiento en la que el componente selectivamente sorbible (sorbato) se elimina esencialmente por completo de la carga de fluido de modo que por la salida del último lecho de la sección de sorción del proceso circulatorio sale una corriente de fluido que contiene un componente no sorbido, o "refinado", de la carga de fluido y que se halla esencialmente exenta de componente sorbato. En el caso de algunas mezclas fluidas de carga y de algunos sorbentes no se necesita más que un solo lecho para efectuar tal separación, mientras en otros casos hacen falta dos o más lechos en serie, y generalmente no más de unos diez lechos en serie, dependiendo el número necesario, o la longitud de la serie agregada, de diversos factores de la operación, especialmente de la sortividad del componente sorbible de la carga fluida, la profundidad de sorbente y la presión y temperatura empleadas en el proceso.

La salida que procede de la sección de sorción contiene un orificio de salida a través del cual se retira una parte del componente refinado no sorbido, en mezcla con una parte del fluido portador. La parte restante de esta corriente de efluente que procede de la sección de sorción fluye al interior de un solo lecho fijo o de una serie de lechos fijos unidos entre sí que constituye la "sección de rectificación primaria" o segunda zona de tratamiento del proceso. La concentración de componente refinado en la corriente de fluido

250940



que atraviesa la sección de rectificación primaria del proceso defiere en cualquier momento dado a lo largo del camino recorrido por la corriente de fluido; esta concentración es progresivamente menor en el sentido de circulación, y es nula en o
5 cerca de la salida de esta zona, cuando en ella se utiliza suficiente sorbente.

El efluente que procede de la sección de rectificación primaria se une, a la salida de esta sección por una corriente de entrada de un llamado agente de desplazamiento o desorbente que fluye en el mismo sentido que el fluido en circulación, entrando así la mezcla de fluidos resultante en el lecho de sorbente de la sección de desorción o el primero de una serie de lechos de esta sección. El desorbente es un material capaz de desplazar del sorbente sólido el componente de la materia
10 prima de carga ya sorbido en el sorbente sólido en virtud de un ciclo anterior de trabajo. La corriente de fluido que así fluye a través de las partes o lechos inmediatamente sucesivos de la sección de desorción comprende, pues, una mezcla de desorbente y sorbato previamente sorbido de la carga de fluido en un ciclo
15 anterior de trabajo, y liberado del sorbente sólido por contacto del mismo con el desorbente. Como la acción de desplazamiento del desorbente es principalmente un efecto de acción de masas, el desorbente es cargado en cantidad suficiente para dar una razón molar de desorbente a sorbato, en cualquier punto dado,
20 al menos mayor de 1:1, y es cargado en cantidad preferiblemente suficiente para dar una razón molar de al menos 10:1 y hasta aproximadamente 30:1. Al fluir la corriente mixta de desorbente y sorbato atravesando la etapa de desorción del proceso, se va enriqueciendo progresivamente un sorbato, ya que el agente de desplazamiento o desorbente va liberando sorbato adicional en su
25

-17- 250940



circulación continua y ocupando el lugar del sorbato desplazado en los poros que componen la estructura del sorbente. A la salida de la sección de desorción del proceso circulatorio se retira y descarga del proceso una corriente que comprende una parte del sorbato, del desorbente y del fluido circulatorio (si es distinto del desorbente), como producto final o como carga de alimentación intermedia para seguir purificando, si así conviene. Esta corriente puede ser fraccionada (por ejemplo, en un aparato auxiliar de destilación) para separar el desorbente de un producto sorbato relativamente puro.

La parte restante de desorbente y sorbato (y del fluido portador, si es distinto del desorbente) no extraída por la salida de sorbato, continua circulando a través de uno o más lechos fijos sucesivos de sorbente, que sirven de sección de rectificación secundaria del proceso. En esta sección, el componente refinado o no sorbido que queda en los espacios huecos entre partículas de sorbente en un ciclo anterior de trabajo, es extraído del sorbente por lavado y sacado de los huecos que quedan entre las partículas de sorbente por medio de la mezcla de desorbente sorbato. La mezcla fluida resultante que sale de la última parte o lecho de la sección de rectificación secundaria contiene así componentes sorbato y refinado en mezcla con desorbente, y se reúne de nuevo con el material entrante de carga a la entrada de esta última corriente.

En una realización preferida del presente proceso, las cuatro zonas de tratamiento, a saber, las de sorción, desorción y secciones de rectificación primaria y secundaria del proceso contienen cantidades esencialmente iguales del sorbente sólido, y un número esencialmente igual de lechos estacionarios de sorbente. Así, cuando un solo lecho de sorbente sólido basta para efectuar la sorción del componente sorbato de la mez-

250940



5
15
20
25

ela fluída de carga, también se utilizará un solo lecho de esencialmente la misma cantidad de sorbente en la sección de rectificación primaria, en la sección de desorción y en la sección de rectificación secundaria, respectivamente. Y si se utilizan tres lechos en conexión en la zona de sorción, también se usarán tres lechos en conexión, prácticamente del mismo tamaño, en cada una de las tres zonas de tratamiento sucesivas. Además, durante el transcurso del proceso, como se acaba de describir, los puntos de introducción de carga fluída y de desorbente en el fluido circulante, y los puntos de extracción de componente refinado o no sorbido y de componente selectivamente sorbido, o sorbato del fluido circulante se trasladan periódicamente, trasladándose los cuatro puntos simultáneamente y cada uno de los puntos indicados, de entrada y de salida, en una misma parte alícuota del número total de lechos, en el sentido de circulación del fluido. Así, cuando se utilizan tres lechos en cada una de las cuatro zonas o secciones de tratamiento, y se hagan avanzar las zonas de tratamiento cada una en un incremento igual a un lecho, el punto de introducción de la mezcla fluída de carga en el proceso circulatorio llega, al cabo de una sucesión de doce traslados, a aquel punto de la trayectoria del fluido circulante en que se introducía la mezcla fluída de carga al comienzo del proceso, habiéndose así y entonces completado un circuito del ciclo de trabajo.

30

El proceso de esta invención puede ponerse en práctica en cualquier aparato adecuado que comprenda bien una serie de lechos fijos unidos o bien un solo lecho continuo de sorbente, y que tenga medios de conexión de circulación de fluido entre la salida del último lecho de la serie y la entrada del

250940



5 primer lecho de la misma, o bien entre la salida y la entrada del único lecho, respectivamente, y que comprende asimismo un medio adecuado, tal como una válvula o múltiple, para trasladar los puntos de entrada y salida de las diversas corrientes de carga y de producto que comprende el proceso. Los dibujos adjuntos ilustran esquemáticamente uno de los proyectos de aparato preferidos, siendo éste particularmente adecuado a causa de su compacta disposición de la serie de lechos fijos.

10 La fig. 1 de los dibujos ilustra la disposición de una serie de lechos fijos, apilados unos sobre otros, en el interior de una columna vertical de contacto 101 que contiene medios divisores de forma adecuada los cuales dividen la columna vertical en una serie de zonas de lecho contiguas, tales como las zonas 201 a 212. Cada zona de las comprendidas entre la más alta y la más baja se halla separada de las zonas a 15 ollas contiguas por un miembro divisorio de forma de embudo, tal como el tabique 102 de la zona 201, y tiene una bajada 103 de área de sección recta restringida que desemboca en una zona 202 subyacente a través de un tabique transversal 104 que comprende el límite superior de la zona 202.

20 Una parte esencial del presente aparato (esto es, esencial para la realización del tipo de circulación previsto por el proceso de la presente invención) consiste en un dispositivo adecuado de programación para cambiar los puntos de entrada a y salida de la columna de contacto y para hacer avanzar 25 periódicamente cada uno de estos puntos por incrementos iguales y en el sentido de circulación del fluido a través del sistema durante el funcionamiento del proceso. Cualquier forma adecuada de control de distribución de fluido, tal como una disposición de múltiple con válvulas y tuberías de entrada y salida, 30

250940



5 puede ir provista de interruptores, eléctricamente accionados y regulados en el tiempo, para abrir y cerrar las válvulas adecuadas. La programación puede efectuarse asimismo adecuadamente por medio de una válvula de distribución de diseño particular, ilustrado en los dibujos adjuntos y especialmente en la
10 fig. 2 de los mismos. La fig. 2 representa una válvula circular 105 que tiene un alojamiento o caja A y un cuerpo o tapón B continuamente giratorio en el alojamiento A, en relación de cierre hermético a los fluidos con respecto a este último. Este alojamiento A contiene un número de orificios de entrada y salida 1 a 12 en conexión, que permite la circulación de fluido, con unos pasajes del interior del cuerpo de la válvula a través de los cuales ciertas corrientes de fluido de entrada y salida, que más adelante se detallan, entran en y son retiradas de lechos fijos de la columna de contacto 101. El cuerpo o tapón de válvula está dispuesto de modo que proporciona al menos cuatro pasajes para acomodar por lo menos dos corrientes de entrada independientes y por lo menos dos corrientes de salida independientes, alternando los dos pasajes de entrada con los dos pasajes de salida. Aun cuando se prefiere en general disponer los pasajes de entrada y salida en el cuerpo de válvula aproximadamente a 90° uno de otro, quedando situadas de ese modo las entradas y salidas en lados opuestos del cuerpo es factible prever cualquier disposición adecuada de orificios y pasajes y con ello aumentar o disminuir la relación angular existente entre los respectivos pasajes de entrada y salida, según el número relativo de lechos fijos de sorbente a asignar a las diferentes etapas de la operación.

30 El número de orificios 1 a 12 de entrada y salida de fluido, de la válvula 105, corresponde al número de zonas de



5 contacto o lechos fijos 201 a 212 de la columna 101. Los ori-
ficios están situados dentro del alojamiento A separados por
distancias finitas y predeterminadas para dirigir corrientes
de entrada y de salida hacia y desde la columna 101 en co-
10 rrespondencia con el programa deseado, previamente dispuesto
para el proceso. Los orificios conectan los pasajes que atra-
viesan el cuerpo de válvula B a las tuberías que conducen
a los diversos lechos fijos del interior de la columna 101
y proporcionan así un medio de dirigir las corrientes de en-
15 trada y salida hacia y desde las tuberías apropiadas conecta-
das a las zonas de contacto, todo ello de acuerdo con el pro-
grama previamente dispuesto para el proceso. Así, el orificio
1 del alojamiento de válvula A proporciona una abertura para
establecer una conexión de circulación de fluido entre un
20 orificio del cuerpo de válvula B con la parte alta de la
zona de contacto 201 a través de la tubería 106. Similarmen-
te, el orificio 2 del alojamiento de válvula servirá para
conectar cualquier orificio del cuerpo de válvula con la tu-
bería 107 que conecta con la bajada 103 entre las zonas de
25 contacto 201 y 202 de la columna 101. Ahora bien, como en la
posición en que el cuerpo o tapón está representado en las
figs. 1 y 2 no hay en el cuerpo B pasaje interno alguno que
desenboque en la zona 202 sino que, en su lugar, la parte
naciza del cuerpo B bloquea el orificio 2 en relación de
30 cierre hermético al fluido con el mismo, no entra fluido al-
guno a través del orificio 2 en la tubería 107. De la mis-
ma manera, los orificios 3 a 12 del alojamiento de válvula
se unen con sus zonas de contacto correspondientes 203 a
212 por medio de un conducto de conexión.

30 Con el objeto de ilustrar una realización típica del

250940



proceso de la presente invención, se describe acto seguido el método de utilizar el aparato de los dibujos, con referencia a la separación de una mezcla de carga líquida que comprende una mezcla de parafinas normales e isoparafinas, tal como una mezcla de exanos normales e isoexanos, es decir, una mezcla particularmente difícil de separar mediante simple destilación fraccionada. Se ha de insistir, no obstante, en que el proceso de la invención es aplicable con la misma o mayor facilidad a cualquier mezcla de componentes orgánicos o inorgánicos comprendida en el ámbito indicado con anterioridad. Para la mencionada resolución de isómeros de exano de cadena normal o de cadena ramificada mezclados, el sorbente sólido de cada una de las zonas de sorción 201 a 212 de la columna 101 es un "tamiz molecular" del tipo que comprende partículas discontinuas, generalmente granulares, o partículas de forma geométrica fija, de un silicato aluminopotálico, como los mencionados anteriormente. Este sorbente sólido se empaqueta en los lechos de sorción mediante distribución arbitraria en los mismos. Con tal distribución, habrá espacios huecos entre las partículas a través de toda una masa estacionaria de las mismas y, del mismo modo, entre las partículas a través de cada uno de los lechos fijos,

Al dar comienzo al proceso, la carga mixta indicada de exanos normales e isoexanos, a los fines de su fraccionamiento en una corriente del componente normal y una corriente de los isocomponentes, se carga en el sistema de circulación del proceso a través de la tubería 108, en cantidades reguladas por la válvula 109. La carga fluye por la tubería 108 hasta un árbol central 110 del cuerpo B que está dividido, mediante un divisor 111, en cuatro compartimientos, dando la

250940



tubería 108 salida a la mezcla de carga a través del orificio 112 del árbol hueco y hasta el pasaje interno 113 que conecta con el orificio de salida 1 del alojamiento A. La corriente de circulación a través del orificio entra en la tubería 106, que a su vez está conectada con la tubería 134 que transporta fluido portador en circulación desde la zona 212 del fondo de la columna de contacto hasta la entrada o extremo superior de la zona 201. La mezcla de carga es suministrada a una presión suficiente, con respecto a la presión del fluido portador en la tubería 134, para mezclar el fluido portador con la mezcla de carga y hacer que la corriente mixta resultante fluya entrando en la zona 201 y de ella hacia la zona 202. Durante el contacto de la carga con el sorbente de taniz molecular de la zona 201, el sorbente ocluye selectivamente en sus poros el componente parafínico normal de la carga, y excluye selectivamente de los mismos los componentes isoparafínicos, siendo el componente de cadena recta o normal (n-oxano en el presente ejemplo) retenido en el sorbente sólido mientras el componente de cadena ramificada (el isoexano de este ejemplo) se le deja pasar a través del lecho de sorbente. Este último compuesto de cadena ramificada es el componente principal, en unión del fluido portador que luego se define, de la corriente retirada de la zona 201 por la bajada 103. Todo componente de n-oxano que reste en la corriente que sale de la zona 201 (particularmente al ir gastándose el sorbente de la zona 201, o cargándose de componente sorbido) continua fluyendo a través de la zona 201 hasta el interior de la zona de contacto 202 subyacente. El lecho 202 de sorbente sólido elimina una cantidad adicional de parafina normal residual, si es que queda en el efluente que sale de la zona precedente o superyacente. En general,

250940



se dispone una serie formada de un número suficiente de le-
chos fijos unidos entre sí, conteniendo cada uno de ellos
sorbente sólido o un lecho continuo de longitud suficiente,
para suministrar capacidad de sorbente suficiente para eli-
5 minar todo el componente normal de la mezcla de carga y dejar
solamente, en la corriente de efluente, el componente de car-
ga de cadena ramificada, o isocomponentes. Mediante ensayos
proliminares se determina con facilidad si a estos fines se
necesitará sólo un lecho o un número de lechos en serie, un
10 lecho somero, o un lecho de altura considerable.

En la presente ilustración de funcionamiento, a base
de utilizar una mezcla de parafinas normal y de cadena ramifi-
cada como carga de alimentación del proceso, el fluido porta-
dor consiste convenientemente en un excedente de desorbente
15 cargado en el proceso circulatorio, y se compone por entero,
o al menos predominantemente, de una parafina normal que tie-
ne un punto de ebullición más bajo y un menor peso molecular
que el componente de parafina normal de la carga de alimenta-
ción. Preferiblemente, el desorbente tiene un punto de ebulli-
20 ción al menos 10°C más bajo que el punto de ebullición inicial
de la mezcla de carga. Específicamente, cuando es n-exano el
componente de cadena recta a separar de la mezcla de carga
por sorción sobre el sorbente sólido de tamaño molecular, el
desorbente utilizado es, convenientemente, una parafina nor-
25 mal tal como el n-butano, que al ser introducida en el flui-
do circulante desplaza del tamaño molecular el sorbato de
(n-exano) y es sorbida ella misma en los poros del sorbente,
en virtud de su exceso molar con respecto al sorbato presente en
el sorbente "gastado" (esto es, sorbente cuyos poros se encuen-
tran llenos de sorbato). Al pasar el n-butano como fluido por-

250940



tador a través de la tubería 134 y entrar en la zona 201 con la carga, ocupa aquellos poros del sorbente no preferentemente ocupados por el componente de n-exano presente en la carga. Todo exceso de sorbente en la zona 201 y en aquellas zonas sucesivas (las zonas 202 y 203 de la presente ilustración) que en unión de la zona 201 constituyen la sección de sorción del proceso de esta etapa del funcionamiento, sorbe el fluido portador (n-butano) dejando que el isocxano ocupe los espacios huecos entre partículas de sorbente y fluya a través de estos espacios huecos la salida de la sección de sorción. Al continuar fluyendo más mezcla de carga al interior de la zona 201, antes del traslado del punto de entrada de carga a la zona 202, el n-exano entrante desplaza al fluido portador (n-butano) de los poros del sorbente de tamiz molecular en partes del lecho progresivamente más próximas a la salida de la sección de sorción, mientras de esta zona de tratamiento se va descargando continuamente el isocxano en unión del fluido portador.

En la disposición de la fig. 1, el lecho de la zona 203 es el último de la serie de lechos que comprende la sección de sorción, y la corriente de efluente que sale de la zona 203 consiste en isocxano prácticamente puro en mezcla con un exceso de fluido portador (n-butano, del cual se separan fácilmente los exanos por destilación). Al pasar la corriente de efluente de la zona 203 por la bajada 114, y mientras al fluido se le impide abandonar la sección de sorción a través de cualquiera de los conductos intermedios de salida, tales como la tubería 107, debido al cierre de los orificios de salida 2 y 3 que efectúa la parte maciza del cuerpo B de la válvula 105, al menos una parte de esta corriente de fluido entra

250940



5 on la tubería 115 que va unida al orificio 4, primer orificio de salida que encuentra disponible o practicable esta corriente de fluido en la válvula 105. La corriente así extraída de la primera zona de tratamiento, esto es, de la sección de sorción del proceso, a través de la tubería 115, es llevada hasta la válvula 105 a través del orificio 4 en conexión con el pasaje 116 interno de salida del cuerpo B de la válvula 105, y abandona después el proceso pasando por el orificio 117, del eje 110 de la válvula y entrando en el conducto de salida 118 de refinado en cantidades reguladas por la válvula 119. La corriente así extraída del proceso puede ser sometida entonces a destilación fraccionada para recuperar sus componentes individuales, según convenga.

15 La cantidad efluente así extraída de la columna de contacto 101 a través de la salida de refinado es cuidadosamente regulada por la válvula 119 dando un residuo de fluido portador e isocxanos en mezcla que fluye hasta pasado el conducto de salida 115 entrando en el lecho subyacente 204. La cantidad de parte no retirada de la corriente fluida que de ese modo continua circulando a través de la columna 101, según viene determinada por el caudal de extracción de refinado (isocxanos) a través de la válvula 119, puede representar cualquier proporción fija que convenga de la corriente total de fluido retirada de la zona 203 a la bajada 114, pero es 20 convenientemente al menos un 20% en volumen de esta última corriente, y de preferencia al menos un 40%, pudiendo llegar hasta alrededor del 80% en volumen de la corriente de fluido que abandona la zona 203. Mientras la corriente que entra en la zona 201 continua fluyendo a través del sorbente de esta 25 zona y de las zonas 205 y 206 (que en esta etapa de la opera-

30



250940

ción constituyen la segunda zona de tratamiento), el desorbente, o fluido portador (n-butano) ocupa los poros internos del sorbente sólido, y los componentes de refinado (isooxano) de la corriente de fluido residual solamente pueden ocupar los espacios o huecos libres entre las partículas de sorbente sólido.

5 Como se observará, la concentración de componente sorbato en el fluido que circula por la sección de sorción del proceso en cualquier momento dado, es progresivamente más baja en puntos sucesivos a lo largo de la trayectoria de este fluido, y la concentración de componente refinado en este fluido en el mismo momento es progresivamente mayor en puntos sucesivos a lo largo de la trayectoria del fluido, mientras el efluente de la sección de sorción está libre de componente sorbato. Ahora bien, al ir introduciendo más mezcla de carga en la corriente de fluido que entra en la sección de sorción, la concentración de componente sorbato en el fluido va haciéndose mayor en puntos más adelantados dentro de la sección de sorción, porque los poros en partes sucesivas de la masa sorbente se van llenando progresivamente de componente sorbato. Si la introducción de mezcla de carga continuara sin cambiar o trasladarse el punto de entrada, el fluido que llegara a la salida de la sección de sorción contendría eventualmente componente sorbato; pero antes de alcanzarse esta condición, el punto de introducción de la mezcla de carga en el fluido circulante es avanzado o trasladado en el sentido de circulación de este fluido, por rotación del cuerpo B en la válvula 105. Antes de este avance, en el funcionamiento de la presente ilustración, el componente de isooxano que se encuentra en aquella parte de la corriente de fluido que salva la tubería 115 de retirada de refinado y entra en el lecho 204, empuja al fluido

10

15

20

25

30

250940



portador desde los espacios huecos comprendidos entre partículas en este lecho. Al entrar más fluido en el lecho 204, el fluido portador será asimismo empujado por el componente refinado desde los espacios huecos del lecho 205, así como más
5 tardo, del lecho 206. De este modo, la concentración de componente refinado en el fluido que circula por la sección de rectificación primaria es, en todo momento dado, progresivamente menor en puntos sucesivos a lo largo de la trayectoria de este fluido, y nula en el fluido que llega a la salida de
10 esta zona de tratamiento. Antes de que el componente refinado aparezca en el fluido de la salida de la sección de rectificación primaria, la posición de los puntos de entrada hasta y salida desde el fluido en circulación se hace avanzar por rotación del cuerpo B de la válvula 105, de modo que
15 la sección de rectificación primaria es trasladada haciendo que incluya una cantidad de sorbente que contiene desorbente en sus poros y en los espacios huecos entre las partículas de sorbente, e impidiéndose así que el componente refinado logre acceso a la sección de desorción del proceso circulatorio.
20

En un punto comprendido entre las zonas de tratamiento segunda y tercera y, por lo tanto, en el caso de la presente ilustración, en la bajada 120, que es la salida de fluido procedente del lecho 206 antes del cambio de los puntos
25 de entrada y salida hasta y desde el fluido en circulación, se introduce una corriente de agente de desplazamiento (denominado aquí desorbente) en la columna de contacto 101, corriente que, con ello, se une a la corriente de fluido que abandona el lecho de sorbente 206. La corriente de desorbente entra

250940



en la bajada 120 a través de la tubería 121 a una presión ma-
yor que la presión de la corriente fluido en la columna de contac-
to. El desorbente que actúa en capacidad de fluido portador,
como antes se ha dicho, es suministrado al proceso por medio
5 de la tubería 122, en cantidades reguladas por la válvula 123,
fluyendo el desorbente desde la tubería 122 al pasaje interno
125 a través del orificio 124 del árbol hueco del cuerpo B
de la válvula 105. El desorbente fluye por el orificio de en-
trada 7 del alojamiento A de la válvula 105 y, después, en la tu-
10 bería 121 que dirige la corriente de desorbente al interior
del fluido en circulación. La cantidad de desorbente así admiti-
da en el proceso es suficiente para desplazar de los poros del
sorbente de tamiz molecular el componente de n-exano previamen-
te sorbido de la mezcla de carga en un ciclo anterior de funcio-
15 namiento y, para efectuar tal desplazamiento, el desorbente (n-
butano) debe rodear las partículas de sorbente gastado, y debe
hallarse presente en cantidad suficiente para producir una trans-
ferencia de n-exano sorbido, desde los poros del sorbente gasta-
do al n-butano circundante. La cantidad de n-butano necesaria
20 para lograr este resultado es en general la de aproximadamente
2 a unos 30 moles de desorbente por mol de sorbato y preferi-
blemente, en el ejemplo aquí expuesto, de unos 5 a unos 10 mo-
los de n-butano por mol de n-exano sorbido. En el caso de otras
mezclas de carga y para otros sistemas de separación, en los que
25 se utilicen otros sorbentes y agentes de desplazamiento, la re-
lación molar del compuesto que efectúe el desplazamiento al
compuesto a desplazar será del orden de magnitud arriba indica-
do.

La mezcla de desorbente (n-butano) y sorbato desplaza-
30 do (n-exano) formada como consecuencia del desplazamiento de

250940



21 3/8

n-exano desde el sorbente gastado, por medio del n-butano y ocupación del sorbente por el n-butano, fluye desde la zona 207 a las zonas 208 y 209 en serie, en virtud de la presión hidrostática positiva existente entre cualquier zona dada y una zona que la preceda en la trayectoria del fluido circulante, 5 entrando luego en la bajada 126 que lleva conectado el conducto de salida 127. La salida que proporciona el conducto 127 es la primera salida a través de la cual el desorbente (n-butano) y el sorbato (n-exano) liberado, mezclados, pueden pasar 10 procedentes del fluido circulante y las series de lechos que constituyen la tercera zona de tratamiento (esto es, la sección de desorción del proceso), estando cualesquiera otras salidas de escape de esta tercera zona de tratamiento bloqueadas a través de la válvula, en esta etapa del funcionamiento, 15 por las partes macizas del cuerpo B de la válvula 105. La corriente de fluido que abandona el lecho 209 de la columna de contacto 101 fluye a través del orificio de salida 10 del alojamiento A de la válvula 105 en virtud de la diferencia de presión existente entre el fluido de la columna 101 y 20 el fluido del orificio de salida 10. El fluido circula, por consiguiente, a través del orificio 10 entrando en el pasaje interno 128 del cuerpo de válvula B, después por el orificio 129 del vástago hueco 110 de la válvula 105, y pasando finalmente por el conducto 130 y la válvula 131 al interior de 25 un equipo adicional de tratamiento, no representado, para seguir purificando o utilizar la mezcla resultante. Este equipo adicional puede comprender medios de destilación, por ejemplo, para separar una corriente de n-butano (que puede ser devuelta para continuar usándolo como desorbente) de una fracción separada de sorbato (n-exano). En algunos casos, el pro- 30

250940



ducto final deseado del presente proceso de separación es el
componente sorbato de la mezcla de carga, mientras en otros
casos el objeto de la separación consiste en eliminar el compo-
nente sorbato de la mezcla de carga y recuperar el componente
5 refinado como producto final deseado.

Para mantener la circulación cíclica continua de fluido
en el sistema, solamente se retira una parte de la corriente to-
tal de llegada a la bajada de salida 126 de la zona 209, para
descargarla del proceso por medio de la tubería 127 y de los
10 conductos 128 y 130, siendo regulada por la válvula 131 la
proporción que de ese modo queda en circulación. Esta porción
de n-butano y n-exano mezclados continua fluyendo desde la baja-
da 126 al interior de la zona 210 y de las zonas sucesivas 211
y 212. En esta etapa de la operación, la serie de lechos de sor-
bente en las zonas 210, 211 y 212 constituye la cuarta zona
15 de tratamiento en el camino recorrido por el fluido circulan-
te, y a ella se hace aquí referencia con la denominación de sec-
ción de "rectificación secundaria" del proceso. Al progresar la
corriente de desorbente (n-butano, utilizado también aquí como
20 fluido portador) y sorbato (n-exano) a través de la zona 210
y, después, a través de la zona 211 hasta entrar en la zona
212, entra en contacto con una parte de sorbente que fué utili-
zada en la sección de sorción del ciclo operativo precedente, y
durante este contacto la mezcla de desorbente y sorbato empuja o
25 desaloja al refinado (isooxano) de los huecos comprendidos en-
tre partículas del sorbente en esta sección de rectificación
secundaria. Por consiguiente, la corriente de fluido que sale del
lecho 212 entrando en la bajada 132 comprende, en el presente
ejemplo, n-butano, n-exano e isooxano. Cuando lo que se desea
30 como producto del proceso sea el sorbato prácticamente puro,

250940



los puntos de introducción y retirada con respecto al fluido circulante se hacen avanzar periódicamente en un incremento que lleva únicamente sorbente exento de refinado (componente no sorbido) al interior de la tercera zona de tratamiento.

5 Por consiguiente, el punto de retirada de sorbato y de desorbente del fluido circulante, en el presente ejemplo, se hace avanzar desde la salida de la zona 209 a la salida de la zona 210, después de haber sido liberada de isoexano la zona 210. Con el fin de mantener la circulación cíclica de fluido a
10 la corriente fluida se le debe dar un incremento de presión al salir de la bajada 132 de la zona 212. A este fin, la corriente de fluido que sale de la bajada 132 es bombeada hasta darle un nivel de presión más elevado por medio de una bomba (o compresor) 133, y descargada a dicha mayor presión en
15 el interior de la tubería 134 que contiene la válvula 135 reguladora del paso de la corriente de fluido continuamente circulante al interior de la parte alta de la zona 201.

Cada una de las operaciones de sorción, rectificación primaria, desorción y rectificación secundaria descritas anteriormente, se producen de un modo esencialmente simultáneo al
20 girar continuamente el cuerpo B de la válvula 105 en sentido contrario al de las agujas de un reloj, y en cualquier instante dado sucesivo, cada lecho va haciéndose progresivamente un lecho más aguas arriba con respecto al sentido general
25 de circulación del fluido a través de los lechos. (Los términos "aguas arriba" y "aguas abajo" han de interpretarse aquí en su ordinaria y usual acepción dentro del ramo de los procesos químicos; esto es, el término "agua abajo" se refiere a un punto avanzado en el sentido de circulación, con respecto a un punto de referencia, mientras el término "aguas
30

250940



arriba" se refiere a un punto retrospectivo en el sentido de la circulación del fluido). Así, si en cualquier momento dado, el lecho de sorbente de la zona 201 es el punto con el cual se pone primero en contacto una nueva carga de mezcla introducida en el proceso, en cualquier momento dado posterior, después de un intervalo suficiente para permitir que el cuerpo de la válvula 105 complete $1/12$ de su rotación, el lecho de sorbente de la zona 202 se convierte en el punto de primer contacto con la mezcla de carga, y la zona 201 se convierte en el último lecho de la serie que comprende la sección de rectificación secundaria. Después de ello, las zonas 203 a 212 se van convirtiendo, sucesivamente, en el lecho de primer contacto. Como se observará, al trasladarse la entrada de carga en el sentido de circulación del fluido, la salida de refinado, la entrada de desorbente y la salida de sorbato se trasladan también en la misma parte alícuota del ciclo total y en el mismo sentido. Al trasladarse estos puntos, la composición de la corriente de fluido en diferentes puntos, y la composición de los lechos de sorbente cambian también; el componente refinado (isooxano) ocupa los huecos entre partículas de sorbente solamente en aquellos lechos que se encuentran a uno y otro lado de la salida de refinado, por lo general solamente uno, dos o tres lechos más allá de la salida del refinado. De modo similar, el sorbato (n-exano) está presente en los poros del sorbente sólido que ocupan lechos en la zona de tratamiento situados aguas arriba con respecto a la salida de refinado, de modo que la corriente de fluido que alcanza aquel punto de la masa estacionaria de sorbente que constituye la salida de refinado en el punto, periódicamente cambiante, de retirada de refinado, está constituida esencialmente por refina-

250940



do puro (isooxano) en mezcla con desorbente (n-butano); y la corriente de fluido que llega a aquel punto de la masa de sorbente que constituye la salida de sorbato (esto es, el segundo de los dos puntos periódicamente cambiantes de retirada), está constituida esencialmente por sorbato esencialmente puro (n-
5 oxano) en mezcla con el desorbente (n-butano). Estas corrientes se hallan contaminadas tan solo en la pequeñísima extensión resultante de la corriente fluida residual que queda en las tuberías que conducen desde la columna de contacto al orificio de válvula de un ciclo anterior de funcionamiento.
10

El caudal de fluido de la columna 101 se ajusta de modo que dé el máximo caudal de carga compatible con el mantenimiento de condiciones de lecho fijo, las cuales dependen de si se utiliza contacto de fase gaseosa o de fase líquida y también del tamaño de las partículas de sorbente y del grado de compacidad del sorbente en los confines del lecho de sorbente. El tamaño de sorbente puede variar entre el polvo finamente dividido (partículas hasta de 0,15 mm como mínimo, y preferiblemente no menores de unos 0,4 mm de tamaño) y el de gránulos relativamente grandes, preferiblemente no mayores de
15 unos 8 mm de tamaño. Como se utilizan mezclas de carga gaseosas y agentes de desplazamiento también gaseosos, el caudal de carga es inferior a aquel al cual se produce la fluidificación de las partículas de sorbente (por ejemplo, cuando las zonas de contacto no estén completamente llenas de sorbente sólido), y preferiblemente no mayor de unos tres volúmenes de mezcla de carga gaseosa o de vapores por volumen de sorbente sólido por minuto, estando para mayor conveniencia comprendido
20 entre los límites de aproximadamente 0,1 a unos 1,5 volúmenes de carga por volumen de sorbente sólido por minuto. Cuando se
25
30

250940



utilicen condiciones de contacto de fase líquida, el caudal
de carga de la mezcla de carga es convenientemente no mayor de
1,5 volúmenes de carga líquida por volumen de sorbente sólido por minuto empleando partículas granulares relativamente grandes de sorbente, y más convenientemente entre 0,01 y
5 1,0 volúmenes, aproximadamente, de carga líquida por volumen de sorbente sólido por minuto. Estos caudales son, naturalmente, dependientes del tamaño de las partículas de sorbente, la profundidad y anchura de los lechos de sorbente y otros factores que dependen del proyecto del aparato y de las condiciones de tratamiento. Cuando el sorbente llena los lechos por completo, el caudal limitativo de fluido a través de cada lecho viene fijado por el espacio libre o "hueco" entre partículas de sorbente, espacio que de ese modo establece un caudal máximo de acomodación para cualquier diferencia de presiones dada, pero que puede ser aumentado si se pueden tolerar una mayor diferencia de presiones. Cuanto más finas sean las partículas del sorbente, mayor será la caída o pérdida de presión a través de cada lecho, quedando fijado el caudal finalmente admisible en aquel valor que no ocasiona una pérdida de presión, a través de todos los lechos mayor que la presión de descarga suministrada por la bomba de circulación de fluido.
10
15
20

Quando el desorbente se destina a ser recuperado de la corriente mixta de desorbente y refinado, o de la corriente de desorbente y sorbato, o de cada una de estas corrientes a su retirada del proceso, es preferible en general que el punto de ebullición del desorbente difiera del de los componentes de la mezcla de carga lo bastante para que el desorbente sea fácilmente separable del componente respectivo por medios de
25
30

250940



fraccionamiento adecuados, tales como una simple destilación.

El proceso de esta invención se hace funcionar en condiciones de temperatura, presión y otras, que dependen de la particular mezcla de carga en cuestión, de particular sorbente utilizado en las zonas de contacto, y de la pureza de producto deseada. En general, las condiciones de presión y fase utilizadas al poner en práctica operaciones conforme al proceso de la presente invención, dependerán del peso molecular de los componentes de la mezcla de carga. Así, en un proceso destinado a la separación de compuestos fluidos sorbibles en los poros de un sorbente del tipo de tamiz molecular, de otros compuestos no sorbidos por tal sorbente, el proceso se efectuará de un modo más conveniente en fase gaseosa cuando los componentes de la mezcla de carga contengan menos de unos 5 átomos de carbono por molécula, mientras que se trabajará de un modo preferible con fase líquida para compuestos que contengan 5 átomos o más de carbono por molécula; de no ser así, la presión necesaria para mantener al fluido en fase líquida puede llegar a ser excesiva. Para funcionar en fase gaseosa, una temperatura adecuada de proceso puede variar entre unos 60°C y unos 300°C, y las presiones pueden ser las comprendidas entre aproximadamente la atmosférica y 10 atmósferas o más. Condiciones típicas de fase líquida son, por ejemplo, las de temperaturas comprendidas entre 0°C y 200°C y presiones desde la atmosférica hasta 30 atmósferas, o más, según la mezcla de carga. En el proceso de desionización de agua, utilizando un sorbente de tipo de zeolita, el funcionamiento se efectúa en general en fase líquida y a temperaturas apreciablemente inferiores al punto de ebullición del agua. En otro caso típico, por ejemplo, en el de la separación de hidrocarburos aromáticos

21



250940

de parafinas alifáticas que contengan al menos 6 átomos de carbono por molécula, utilizando un adsorbente de gel de sílice, la operación puede efectuarse en condiciones de fase bien líquida o bien gaseosa, a temperaturas comprendidas entre unos 30°C y unos 250°C y presiones que varían entre sensiblemente la atmosférica y 10 atmósferas o más.

La presente invención se ilustra además con respecto a varias de sus realizaciones específicas concernientes a condiciones de proceso, sorbente sólido, material de carga ilustrativo y desorbente ilustrativo en el ejemplo que sigue:

EJEMPLO:

El proceso de esta invención viene típicamente ilustrado por el tratamiento siguiente, en el cual se fraccionó una mezcla de n-exanos y ciclohexanos en una corriente de n-exano relativamente puro y una corriente de producto secundario de ciclohexano relativamente puro, en esta operación se utilizó una columna que comprendía una serie de 12 secciones tubulares unidas entre sí y colocadas verticalmente, cada una de las cuales tenía un diámetro de 52,5 mm y una longitud de aproximadamente 1,2 metros. Cada sección contenía un lecho fijo de un sorbente del tipo de tamiz molecular, de 1,1 metros de longitud. La entrada de la parte superior y la salida del fondo de cada uno de los lechos consistía en una boquilla de 1,59 mm de diámetro roscada de un tapón ajustado en cada extremo de cada sección. El lecho de sorbente estaba suspendido en cada sección, por encima de la salida, por medio de un tamiz interno colocado a través de la sección. El fondo de cada lecho se hallaba conectado por medio de un tubo de 1,59 mm a la parte alta del lecho inmediato inferior, y la tubería de unión del fondo del duodécimo lecho (el inferior) a la parte alta

250940



21
del primer lecho (el más alto) contenía una bomba de líquidos que suministraba líquido hacia la parte alta del lecho núm 1 a una diferencia de presiones, entre el lecho duodécimo y el primero de unas 3,33 atmósferas. El sorbente de taniz molecular estaba compuesto de partículas de aluminio-silicato de calcio (de Linde Air Products Co., tanices de 5 Å) de tamaños arbitrarios comprendidos entre límites tales que un 95% pasaba por un cedazo de 4,7 mm de abertura, y al menos de 98% en peso quedaba retenido en un cedazo de 0,3 mm de abertura.
5 El sorbente del tipo de taniz molecular, al ser apretado o consolidado en cada sección, ocupaba un volumen de 0,762 litros por sección.
10

Para el proceso se dispusieron cuatro tuberías de 25,4 mm de diámetro (una de suministro de carga, una de retirada de producto refinado, una de suministro de desorbente y una de retirada de producto sorbido), sirviendo las cuatro tuberías de 25,4 mm de repartidores para la distribución de las corrientes de entrada y salida hasta y desde cada uno de los lechos fijos de sorbente. Cada tubería de conexión de dos lechos sucesivos de sorbente estaba conectada en paralelo con cuatro tuberías de 1,59 mm de diámetro, dotadas de válvulas de paso por separado, y cada una de estas últimas cuatro tuberías estaba conectada a uno de los cuatro repartidores de modo que era posible alimentar cada lecho con una corriente independiente de mezcla de carga o de desorbente, y retirar de cada lecho una corriente independiente de componente refinado o de componente sorbido. Las válvulas de cada una de las cuatro tuberías de conexión de cada lecho con cada repartidor estaban accionadas por motores, por medio de interruptores actuados con arreglo a un programa determinado por un dispositivo regulado en el tiempo, el cual, a un tiempo, (1) abriría
15
20
25
30

250940



la válvula de conexión del repartidor de suministro de carga con la entrada de uno sólo de los lechos; (2) abriría simultáneamente la válvula de la tubería de conexión del repartidor de retirada de refinado con la salida procedente del tercer lecho corriente abajo con respecto a la entrada de carga que se abriría; (3) abriría también simultáneamente la válvula de la tubería de conexión del repartidor de suministro de desorbente con la entrada del tercer lecho aguas abajo respecto a la tubería de retirada de refinado que se abría; (4) abriría también simultáneamente la válvula de la tubería de conexión del repartidor de retirada de sorbatos con la salida procedente del tercer lecho aguas abajo con respecto a la tubería de entrada de desorbente que se abría; y (5) cerraría asimismo simultáneamente, o contendría en posición de cerradas, cualesquiera otras válvulas de las tuberías de conexión entre los lechos y los cuatro repartidores.

La operación se llevó a cabo introduciendo una mezcla de 40% en peso de n-oxano y 60% en peso de ciclohexano en estado líquido a una temperatura de 40°C y a razón de 3,785 litros por hora en uno de los lechos de sorbente, introduciendo simultáneamente n-butano líquido como desorbente a una temperatura de 40°C y a razón de 3,785 litros por hora en la entrada del séptimo lecho de sorbente aguas abajo con respecto al punto de introducción de la mezcla de carga, extrayendo simultáneamente una corriente de refinado por la salida del tercer lecho aguas abajo con respecto a la entrada de la mezcla de carga, extrayendo simultáneamente una corriente de sorbato por la salida del noveno lecho aguas abajo con respecto a la entrada de la mezcla de carga, manteniendo una circulación continua de líquido de modo cíclico a través de la serie de le-

250940



lechos y haciendo avanzar simultáneamente cada uno de los dos puntos de introducción de mezcla de carga y de desorbente, y cada uno de los dos puntos de refinado y sorbato, a intervalos de media hora, hasta el lecho siguiente en el sentido de circulación del líquido en movimiento. Esta operación fue precedida de un procedimiento de iniciación que aseguraba el adecuado funcionamiento del sistema.

En el procedimiento de iniciación, el sistema entero, incluido el sorbente sólido de los doce lechos, fue completamente lavado con butano normal vaporoso, y el butano vaporoso se reemplazó luego con butano normal líquido que servía tanto de fluido portador como de desorbente en esta operación. Una vez que todas las secciones de la columna tubular, y las tuberías de conexión entre cada dos de estas secciones, estuvieron completamente llenas de butano líquido a 40°C y a presión superatmosférica suficiente para mantener el estado de fase líquida, se puso en marcha la bomba de la tubería que conectaba la salida del lecho número 12 a la entrada del lecho número 1, estableciéndose una circulación cíclica continua de líquido a través de la columna de contacto. Entonces se suministró la mezcla de carga, a la temperatura y caudal ya mencionado y a una presión de 7,5 atmósferas, al lecho número 1 abriendo simultáneamente con esto la válvula de retirada de refinado de la conexión entre los lechos números 3 y 4, la válvula de introducción de n-butano como desorbente en la conexión entre los lechos números 6 y 7, y la válvula de retirada de sorbato de la conexión entre los lechos números 9 y 10. En este momento se suministró el desorbente (n-butano líquido) a una presión de unas 6,8 atmósferas, y a la temperatura y caudal antes mencionados, a la entrada del lecho número 7. Todas

250940



las demás válvulas entre los lechos y los cuatro repartidores se mantuvieron cerradas, al tiempo que se mantenía la circulación cíclica a través del sistema. Después de mantenidas durante un periodo total de una hora esta circulación cíclica y la introducción de mezcla de carga y de desorbente y la retirada de refinado y sorbato, en los puntos recién mencionados, un análisis de las dos corrientes de retirada o extracción demostró que se habían establecido las deseadas condiciones de funcionamiento, completándose de ese modo el periodo inicial o de arranque del funcionamiento.

En el funcionamiento así establecido al final del periodo de iniciación, la corriente de refinado se extraía del lecho número 3 a razón de 3,785 litros por hora, y estaba compuesta de un 60% en peso de ciclohexano y un 40% en peso de n-butano retirándose asimismo, del lecho número 9, la corriente de sorbato a razón de 3,785 litros por hora y compuesta de 40% en peso de n-hexano y 60% en peso de n-butano. También en este momento se hacía circular el efluente líquido desde el fondo del lecho número 12 a la parte alta del lecho número 1, a razón de 3,785 litros por hora. Al ser establecida esta operación, el mecanismo de accionamiento de válvulas (que era capaz de ser ajustado para la programación de una serie de ciclos de funcionamiento de media hora, o de duración más corta o más larga, y fué ajustado para funcionar en ciclos de media hora) cerró la válvula de mando de la línea de conexión del repartidor de suministro de la mezcla de carga con la entrada del lecho número 1, abriendo simultáneamente la válvula de la tubería de enlace entre el repartidor de suministro de mezcla de carga y la bajada procedente del lecho número 1 (entrada al lecho número 2), cerrando simultáneamente la válvula de la tubería de cone-

21
250940



xión de la bajada procedente del lecho número 3 con el repartidor de retirada de refinado, y abriendo simultáneamente la válvula de la tubería de conexión de la bajada del lecho número 4 con el repartidor de retirada de refinado, cerrando
5 simultáneamente la válvula de la tubería de enlace de la bajada procedente del lecho número 6 (entrada del lecho número 7) con el repartidor de suministro de desorbente mientras simultáneamente abría la válvula de la tubería de conexión de la bajada procedente del lecho número 7 (entrada al lecho número 8) con el repartidor de suministro de desorbente, y cerrando
10 simultáneamente la válvula de la tubería de conexión de la bajada procedente del lecho número 9 con el repartidor de retirada de sorbato mientras abría la válvula de la tubería de conexión de la bajada procedente del lecho número 10 con el
15 repartidor de retirada de sorbato. Entonces se retuvieron los lechos anteriores en corriente durante media hora, seguida de cambios o traslados simultáneos de las corrientes de entrada y salida a los lechos siguientes, en el sentido de aguas abajo, y esta operación se continuó después de manera semejante
20 a la misma temperatura, sensiblemente uniforme a través de todo el sistema, y con el mismo avance incremental de las corrientes de entrada y salida a intervalos de media hora.

A través de todo este funcionamiento regular, las válvulas de mando de la corriente de entrada de la mezcla de carga y de la corriente de entrada de desorbente, así como las
25 válvulas de mando de la corriente de retirada de refinado y de la corriente de retirada de sorbato fueron ajustadas para funcionar a caudales volunétricos iguales, y fueron ajustadas sobre base volunétrica para compensar las diferencias de presión
30 en los diversos puntos de entrada y salida en toda la columna.

250940



21

Las corrientes de salida de sorbato y refinado se fraccionaron cada una individualmente separando n-hexano esencialmente puro y ciclohexano esencialmente puro como corrientes de producto, mientras el n-butano destilado de las corrientes de salida de estos fraccionamientos fué condensado y devuelto de nuevo al proceso. La operación de separación mencionada se llevó de un modo continuo durante 35 días sin detrimento notable de la actividad del sorbente de tamiz molecular.

- N O T A -

10 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:

1.- Un procedimiento de sorción para el fraccionamiento de una mezcla fluida de carga de varios componentes en el que uno de dichos componentes es selectivamente sorbido durante el contacto de dicha mezcla de carga con un sorbente sólido, el componente de dicha mezcla no sorbido es retirado de su contacto con dicho sorbente, y el componente selectivamente sorbido es desplazado del sorbente por un desorbente fluido; proceso que comprende las etapas de: mantener una circulación cíclica continua de fluido sucesivamente a través de cuatro zonas de tratamiento, conectadas en serie, de una masa estacionaria de dicho sorbente sólido, y volviendo desde la salida de la última zona a la entrada de la primera zona; introducir continuamente en el fluido de circulación y por la entrada de la primera zona dicha mezcla fluida de carga; retirar conti-

250940



nuamente del fluido en circulación y por la salida de la primera zona componente no sorbido; introducir desorbente en el fluido de circulación, continuamente y por la entrada de la tercera zona; retirar continuamente del fluido en circulación y por la salida de la tercera zona el desorbente y el componente selectivamente sorbido; y hacer avanzar periódicamente las cuatro zonas de dicha masa estacionaria de sorbente, mediante avance simultáneo del punto de introducción de dicha mezcla de carga, del punto de retirada de componente no sorbido, del punto de introducción de desorbente, y del punto de retirada de desorbente y de componente selectivamente sorbido por incrementos iguales a lo largo del camino de circulación de dicho fluido circulante.

2.- Procedimiento conforme a la reivindicación 1, en el que los puntos de introducción en y retirada desde el fluido circulante se hacen avanzar simultáneamente a lo largo del camino de circulación del fluido de modo periódico, antes de que la capacidad del sorbente para sorber el componente sorbible en la primera zona de tratamiento se haya gastado por completo y antes de que el componente no sorbido sea llevado en el fluido circulante desde la segunda zona de tratamiento a la tercera.

3.- Procedimiento conforme a la reivindicación 1 o a la 2, en el que los puntos de introducción en y retirada desde el fluido circulante en cada intervalo periódico se hacen avanzar simultáneamente en un incremento que representa una fracción de una zona de tratamiento, pero que es no menor de una décima parte de una zona de tratamiento.

4.- Procedimiento conforme a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que los puntos de introducción en y

250940



retirada desde el fluido circulante se hacen avanzar periódicamente en un incremento que lleva a la tercera zona de tratamiento solamente sorbente exento de componente no sorbido de la mezcla de carga.

5 5.- Procedimiento conforme a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que el fluido circulante se pasa sucesivamente a través de cuatro zonas de tratamiento que contienen cantidades de sorbente sensiblemente iguales.

10 6.- Procedimiento conforme a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que una mezcla fluida de carga que comprende al menos un compuesto orgánico de cadena recta y al menos un compuesto orgánico de cadena no recta se introduce de modo continuo en el fluido circulante por la entrada de la primera zona de tratamiento; un compuesto orgánico de cadena recta que hierve por bajo del punto de inicio de ebullición de la mezcla de carga se mantiene modo cíclico en circulación a través de la serie de cuatro zonas de tratamiento y se introduce también continuamente como desorbente en el fluido en circulación, por la entrada de la tercera zona de tratamiento, mientras cada una de las cuatro zonas de tratamiento contienen un sorbente del tipo de tamiz molecular dotado de poros lo bastante grandes para sorber selectivamente el compuesto de cadena recta de dicha mezcla de carga y los bastante pequeños para impedir la sorción de dicho compuesto de cadena no recta en dichos poros; el compuesto no sorbido de cadena es retirado de modo continuo del fluido en circulación, por la salida de la primera zona de tratamiento; el compuesto de cadena recta selectivamente sorbido es retirado continuamente de la tercera zona de tratamiento; y ambos compuestos, sorbible y no sorbible, de la mezcla de carga son

15

20

25

30

250940



llevados continuamente en el fluido circulante desde la cuarta zona de tratamiento a la primera zona de tratamiento.

7.- Procedimiento conforme a la reivindicación 6, en el que una mezcla de carga normalmente líquida que comprende al menos un hidrocarburo de cadena recta y al menos un hidrocarburo del grupo de hidrocarburos cíclicos y de cadena ramificada se introduce en fase líquida en el fluido en circulación por la entrada de la primera zona de tratamiento, un hidrocarburo de cadena recta que hierve al menos 10°C por bajo del punto inicial de ebullición de la mezcla de carga se mantiene en circulación de modo cíclico a través de la serie de cuatro zonas de tratamiento y se introduce también como desorbente en el fluido en circulación por la entrada de la tercera zona de tratamiento, y los hidrocarburos se mantienen en fase líquida y a temperatura sensiblemente uniforme a través de las cuatro zonas de tratamiento y en la corriente de fluido en circulación.

8.- Procedimiento conforme a cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, en el que el fluido circulante se pasa a través de cuatro zonas de tratamiento en cada una de las cuales el sorbente es distribuido de un modo sensiblemente uniforme entre no más de 10 lechos fijos conectados en serie, y los puntos de introducción en y retirada desde el fluido circulante se hacen avanzar simultáneamente en un incremento igual a un lecho fijo, en cada uno de los intervalos periódicos.

9.- Procedimiento conforme a la reivindicación 8, en el que el fluido circulante se pasa en cada zona de tratamiento a través de un número igual de entre 2 y 4 lechos fijos de sorbente unidos en serie, de mayor longitud que el diámetro, siendo la longitud de cada lecho no más de 10 veces mayor que

250940

21



su diámetro.

10.- Un procedimiento continuo de sorción.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de cuarenta y siete hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 21 JUL 1959

P. A.

Alberto de Elzaburu
Por Poder.

-47-

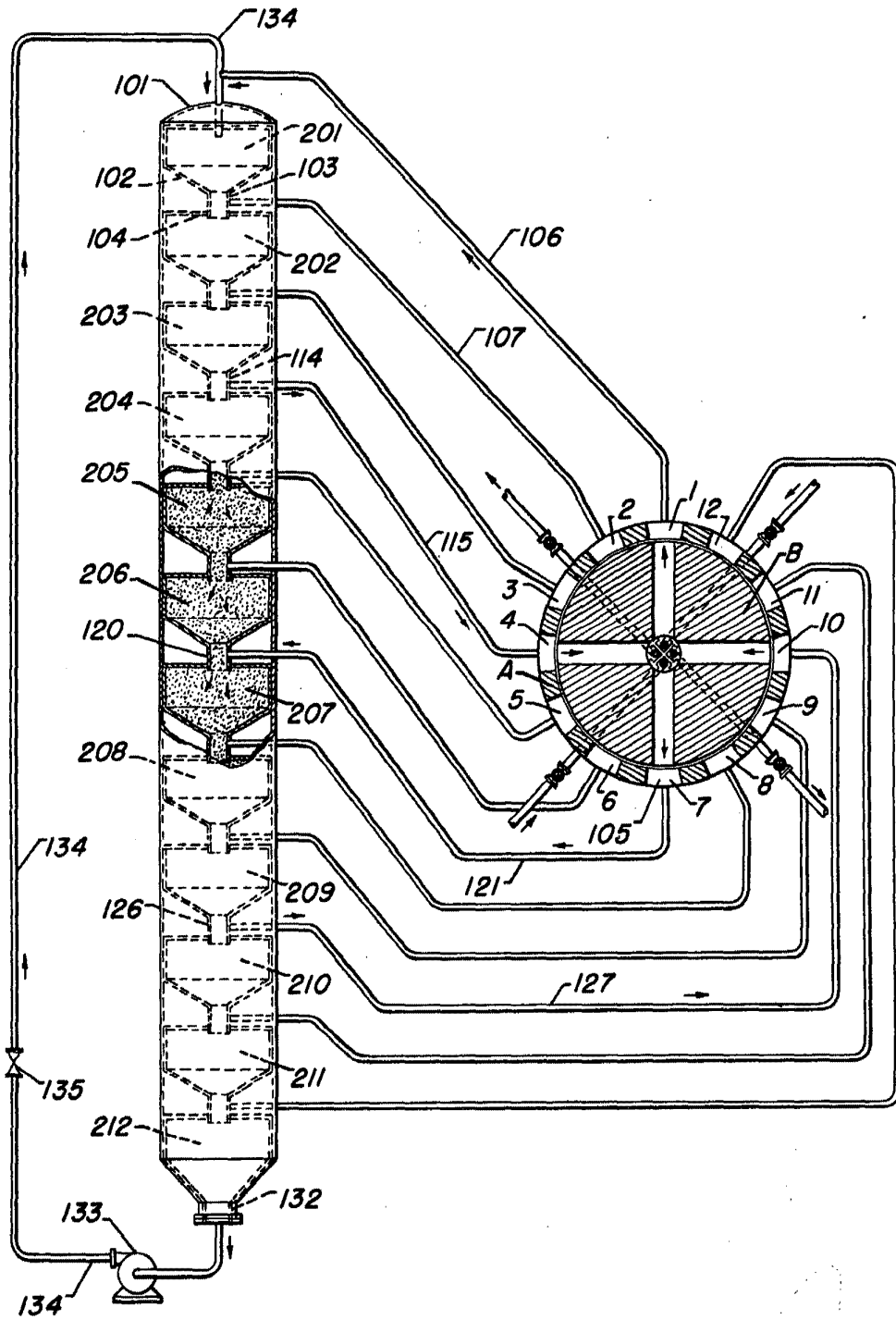
MCR//.

250940



30

Figure 1



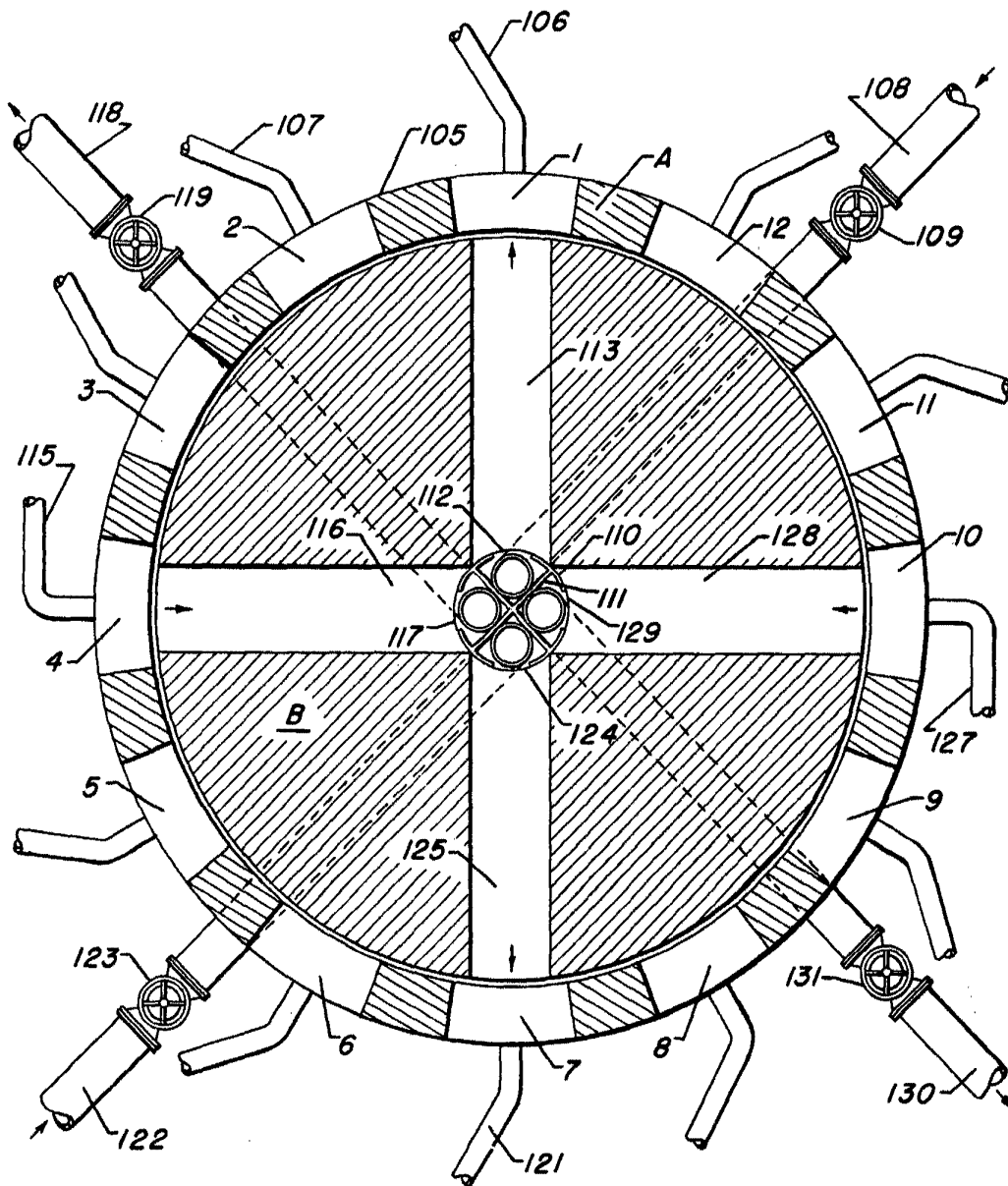
Alberto de Elizaburu
Por Poder,

250940

30



Figure 2



Alberto de Elizaburu
Por Poder