



2602 2

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

d e

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

formulada el 6 de Agosto de 1960, con el núm. 260.212.

e n

E S P A Ñ A

por DIEZ años

a nombre de PHILLIPS PETROLEUM COMPANY, entidad, norteamericana, establecida en Bartlesville, Oklahoma, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR UN HIDROCARBURO AROMATICO DESDE UNA MEZCLA DE HIDROCARBUROS"

---

Este invento se refiere a un procedimiento de extracción con disolvente. En un aspecto, este invento se refiere a un procedimiento de extracción con disolvente para separar una mezcla de compuestos orgánicos de puntos de ebullición relativamente elevados, utilizando un disolvente selectivo para uno o más componentes de la mezcla miscibles de modo preferencial con dicho disolvente. En otro aspecto, el invento se refiere a la separación de hidrocarburos aromáticos de hidrocarburos no aromáticos contenidos también en una mezcla de hidrocarburos

5

10



ros.

5 La extracción con disolvente se refiere a la separación de los componentes de una solución líquida por --  
tratamiento con un disolvente parcialmente miscible en el  
que son solubles uno o más de los componentes de la solu-  
ción. La extracción con disolvente se aplica ampliamente  
10 en la separación de compuestos que se diferencian en el-  
tipo químico, que son difíciles de separar por destila-  
ción, a causa de que sus volatilidades no se diferencian  
mucho. Por ejemplo, fracciones de petróleo de punto de -  
ebullición próximo que difieren químicamente, pueden ser  
casi imposibles de separar por destilación, pero son fá-  
cilmente separables por extracción con disolvente, si --  
puede encontrarse un disolvente selectivo adecuado.

15 La extracción con disolvente abarca las tres opera-  
ciones siguientes: primero, poner el disolvente y la so-  
lución en íntimo contacto; segundo, separación de las fa-  
ses resultantes; y tercero, separación y recuperación de  
disolvente y soluto de cada fase, usualmente por destila-  
20 ción ordinaria. El contacto puede conseguirse en cual-  
quiera de los diversos tipos de equipo que se emplean en  
esta técnica, tal como vasijas agitadas que contienen --  
los líquidos, columnas de platos, chorros de choque de -  
las dos corrientes líquidas, vasijas con medios de agita-  
25 ción, torres con relleno, o análogos. Después de la sepa-  
ración de las fases, el disolvente se suele recuperar --  
por destilación ordinaria de la capa disolvente, denomi-  
nada "fase extracto", y de la solución tratada, denomina-  
da, "fase refinado".

30 El presente invento proporciona un procedimiento -



de extracción con disolvente para recuperar hidrocarburos aromáticos individuales, así como mezclas de hidrocarburos aromáticos, con gran pureza, a partir de mezclas hidrocarbonadas líquidas, tales como las que se producen por la reformación de gasolinas y/o naftas. En particular, se refiere a la producción de benceno, tolueno y los xilenos. Así, pues, un objeto principal del presente invento es proporcionar un procedimiento para aislar hidrocarburos aromáticos individuales con gran rendimiento y gran pureza a partir de materiales de alimentación hidrocarbonados que los contienen.

Las mezclas de compuestos orgánicos adecuadas como materiales de carga en el presente procedimiento de separación contienen por lo menos un componente que es relativamente más polar que otros componentes de la mezcla. En el caso de mezclas hidrocarbonadas que comprenden componentes de diferentes clases de estructura, la solubilidad de los componentes en los disolventes selectivos presentes disminuye en el orden general: aromáticos, cicloolefínicos, nafténicos, olefínicos de cadena ramificada que contienen menos de ocho átomos de carbono por molécula, olefínicos alifáticos, incluyendo olefínicos de cadena ramificada que contienen más de siete átomos de carbono por molécula e hidrocarburos parafínicos alifáticos. Así, pues, cualquier miembro de la parte anterior de la serie puede separarse generalmente de cualquiera de los miembros siguientes de la serie, utilizando el disolvente selectivo y el procedimiento de extracción presentes.

Entre las mezclas hidrocarbonadas típicas utilizables como una clase de material de carga en el presente-



21 2

procedimiento figuran fracciones destiladas de naftas ca-  
talíticamente craqueadas, fracciones de punto de ebulli-  
ción específico de destilados de petróleo natural o de -  
obtención directa, y específicamente ciertas naftas re-  
5 formadas o hidroformadas que son en general relativamen-  
te ricas en hidrocarburos aromáticos y son particularmen-  
te valiosas como fuente de benceno, tolueno y xileno ex-  
traídos. Se recalca que, aunque el procedimiento es apli-  
cable a la extracción simultánea de más de un tipo de hi-  
10 drocarburo partiendo de materiales de alimentación que -  
contienen más de una especie de los hidrocarburos extraí-  
dos con mayor facilidad relativa de los mismos, tal como  
aromáticos y cicloolefinas, el procedimiento está parti-  
cularmente adaptado a la extracción de un tipo de hidro-  
15 carburo individualmente, tal como el componente aromáti-  
co de una mezcla hidrocarbonada, seleccionando los lími-  
tes de ebullición del material de alimentación y ajustan-  
do las condiciones operatorias más ventajosas para la ex-  
tracción de la clase particular de hidrocarburo deseado.  
20 Una de las aplicaciones notables y particularmente úti-  
les del presente método de separación, que proporciona -  
un medio para desdoblar una mezcla de componentes que no  
pueden separarse fácilmente en sus constituyentes por mé-  
todos de separación ordinarios, por ejemplo, por destila-  
25 ción fraccionada, es la separación de una mezcla azeotró-  
pica de hidrocarburos, tal como una fracción  $C_6$  de un --  
destilado de petróleo que contiene isómeros de benceno,-  
hexano y heptano, o una mezcla de tolueno-heptano-octano.  
Dichos azeótropos hierven dentro de límites de temperatu-  
30 ras considerables y contienen proporciones variables del



constituyente de hidrocarburo aromático.

5 El extractante-disolvente selectivo empleado en el presente procedimiento de separación puede ser un líquido de componente simple de disolvente primario esencialmente puro, una mezcla de dos constituyentes de disolvente primario, uno de los cuales hierve a una temperatura sustancialmente menor que el otro componente, o una mezcla de constituyentes de disolventes primario y secundario, cuya mezcla tiene una solubilidad selectiva con el  
10 componente o componentes más polares del material de alimentación. El disolvente primario, si se utiliza individualmente en un sistema de extracción, tiende a disolver componentes indeseados de la mezcla así como el componente más polar deseado, complicando como consecuencia la  
15 separación de un producto puro en la operación subsiguiente de arrastre de disolvente. Sin embargo, mezclando una proporción adecuada del constituyente disolvente secundario con el disolvente primario, puede proporcionarse un disolvente selectivo que es selectivamente soluble con  
20 solo el componente deseado relativamente polar de la mezcla de material de alimentación. El constituyente disolvente a que aquí se alude con el nombre de "disolvente secundario" es un compuesto que tiene un punto de ebullición menor que el disolvente primario, es soluble en el  
25 disolvente primario pero sustancialmente insoluble con la mezcla de material de alimentación, (aumentando por tanto la selectividad de la mezcla de los disolventes), es estable a su punto de ebullición de tal manera que puede destilarse fácilmente del disolvente graso o fase-extracto producida en la etapa de extracción del procedi  
30



253212  
miento presente, y convenientemente hierve a una temperatura por encima o por debajo del componente extraído. Igualmente, conviene que tenga un calor latente de vaporización elevado, de manera que sus vapores lleven un nivel elevado de contenido térmico.

5 La presencia del disolvente secundario que es relativamente más volátil que el disolvente primario en la mezcla disolvente selectiva, permite que funcione la fase de arrastre de disolvente del procedimiento a una temperatura correspondientemente menor que en su ausencia, y permite la recuperación de la totalidad, o sustancialmente de la totalidad, de los componentes del material de alimentación relativamente polares disueltos en el disolvente graso o fase extracto por arrastre de los mismos con los vapores del disolvente secundario cargados en la zona de arrastre y destilados de la misma, tendiendo el disolvente secundario a aumentar la presión de vapor del componente polar disuelto en el disolvente graso, cuando los vapores de disolvente secundario se mezclan con el disolvente graso o la corriente de la fase extracto. La presencia del disolvente secundario en la mezcla de disolventes selectiva permite el funcionamiento de la columna de arrastre de disolvente a una temperatura menor correspondiente al punto de ebullición de la mezcla disolvente selectiva, evitando así las temperaturas excesivamente elevadas que normalmente se requieren para vaporizar el componente del material de alimentación relativamente polar disuelto, a partir del residuo disolvente graso en la columna de arrastre, cuando el arrastre depende de la ebullición del disolvente primario que con

10

15

20

25

30



260212

tiene las colas del separador.

Este invento proporciona una disposición particularmente conveniente para el funcionamiento de la zona de arrastre de disolvente del procedimiento, en la que una porción del disolvente secundario se retira como fracción relativamente volátil de la zona de arrastre, y se condensa. Dicha porción de dicho disolvente secundario, después de haber sido utilizada para lavar la fase de refinado, se vaporiza mediante cambio térmico con la corriente de disolvente pobre que procede de la sección del re-hervidor de la columna de arrastre, y los vapores resultantes de disolvente secundario en forma de vapor se devuelven continuamente, según se separan, a la porción inferior de la columna de arrastre de disolvente donde se mezclan los vapores con el residuo disolvente pobre en el fondo de la columna de arrastre. El serpentín del re-hervidor vaporiza por lo menos una parte del disolvente secundario de las colas del separador que, al evaporarse, se lleva los vapores del compuesto polar de la mezcla de material de alimentación disueltos en el residuo de disolvente graso. Los vapores mixtos que contienen disolvente secundario y componente de material de alimentación polar extraído se separan como fracciones volátiles de la zona de arrastre, se condensan formando líquidos, se separan los condensados líquidos resultantes, y el disolvente secundario separado de este modo se carga en unidades de cambio térmico para vaporización en las mismas y devolución posterior como vapor caliente a la zona de arrastre de disolvente.

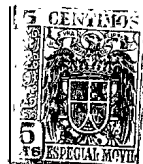
Se seleccionan compuestos utilizables como consti-

260212



tuyente disolvente primario de la composición disolvente selectiva, entre el amplio grupo caracterizado como compuestos orgánicos que contienen oxígeno selectivamente -  
solubles con compuestos de la mezcla de material de ali-  
5 mentación que tienen la máxima polaridad, y para hidro-  
carburos en la parte primera de la serie anteriormente -  
descrita. Se seleccionan disolventes primarios particu-  
larmente adecuados entre la clase de compuestos caracte-  
rizados generalmente como compuestos orgánicos que con-  
10 tienen oxígeno, particularmente los alcoholes alifáticos  
y cíclicos, los glicoles y los glicol-ésteres (denomina-  
dos también polialquileno glicoles) así como también los  
glicol-ésteres y glicol éter-ésteres. Entre los alquile-  
noglicoles y polialquilenoglicoles que son especialmente  
15 efectivos como disolventes primarios en el presente pro-  
cedimiento figuran: etilenoglicol, dietilenoglicol, trie-  
tilenoglicol, tetraetilenoglicol, (particularmente dieti-  
lenoglicol), propilenoglicol, dipropilenoglicol, tripro-  
pilenoglicol, butilenoglicol, dibutilenoglicol, y tribu-  
20 tilenoglicol; ciertos glicol-ésteres, tales como la serie  
de compuestos cellosolve (definida estructuralmente como  
los alcohol-ésteres de etilenoglicol), incluyendo metilce-  
llosolve, etilcellosolve, y dietilcellosolve. Los carbi-  
toles (definidos estructuralmente como los alcohol-ésteres  
25 de dietilenoglicol), tal como metilcarbitol, etilcarbi-  
tol, propilcarbitol, butilcarbitol, y dietilcarbitol; —  
los glicol y polialquileno glicolésteres de ácidos orgá-  
nicos de bajo peso molecular tal como los acetatos y pro-  
pionatos; los alcoholes alifáticos, tales como propanol,  
30 isopropanol, n-butanol, terc-butanol, etc.; ciertos alco





de extracción con disolvente empleando una sección de -  
arrastre con disolvente o vaporización, ha de tener un -  
punto de ebullición relativamente elevado, que exceda por  
lo menos del punto de ebullición del compuesto extraído,  
5 que, en la recuperación de hidrocarburos aromáticos, a -  
partir de una fracción de petróleo con límites de ebulli-  
ción de la gasolina, es preferiblemente mayor de unos --  
150º C.

El disolvente secundario que se utiliza en mezcla-  
10 con el disolvente primario para rebajar la solubilidad -  
de los compuestos refinados presentes en el material de-  
alimentación en el último disolvente, y por tanto aumen-  
tar la selectividad de la mezcla disolvente para el com-  
ponente relativamente polar de la mezcla de material de-  
15 alimentación que hay que recuperar de la misma, es un ma-  
terial que, de preferencia, es sustancialmente inmisible  
con los compuestos del material de alimentación, aunque,  
en algunos casos, el disolvente puede estar constituido-  
por dos compuestos que se diferencian en sus puntos de -  
20 ebullición, que son ambos relativamente solubles con los  
componentes de la mezcla de material de alimentación que  
hay que recuperar. La inmiscibilidad del disolvente se--  
cundario con los componentes de material de alimentación  
y su miscibilidad con el constituyente disolvente prima-  
25 rio permite mezclar el constituyente disolvente secunda-  
rio con la fase de refinado efluente para eliminar por -  
lavado la cantidad normalmente pequeña de disolvente pri-  
mario que tiende a disolverse en el refinado a medida --  
que fluye en contracorriente por el disolvente selectivo  
30 en la columna de extracción.



En general, los disolventes secundarios tienen las características comunes de poseer un número suficiente - de grupos polares por molécula y una relación suficiente - mente elevada de grupos polares a grupos metileno o meti-  
5 lideno por molécula para hacer que el compuesto sea solo parcialmente miscible o preferiblemente sustancialmente - inmiscible con los componentes refinados del material de alimentación. Son compuestos normalmente líquidos típi-  
10 cos que poseen las propiedades anteriores y que hierven a una temperatura sustancialmente por debajo del punto - de ebullición del disolvente primario y preferiblemente a una temperatura en la proximidad de 50° C. del punto - de ebullición del componente de material de alimentación polar disuelto en el disolvente selectivo, materiales ta-  
15 les como agua, ciertos alcoholes polivalentes como inositol, ciertos fenoles polivalentes, como el m,m'-dihidro- xifenol, ciertos ésteres policarboxílicos de alcoholes - de cadena corta, como el oxalato de dimetilo, y otras -- clases de compuestos polares polisustituídos. El disol-  
20 vente secundario preferido utilizado en mezcla con el di- solvente primario para la recuperación de componentes -- del material de alimentación que hierven a temperaturas dentro de proximidad estrecha del disolvente secundario, es el agua, que puede estar presente en la mezcla disol-  
25 vente selectiva en una cantidad suficiente para dar una- solución que contenga desde, aproximadamente, 0,5 hasta, aproximadamente, 75 por ciento en peso de agua.

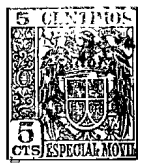
Cuando se mezcla con dietilenoglicol para formar - la mezcla disolvente selectiva, la proporción de agua es  
30 generalmente no menor de , aproximadamente, 2 por ciento,

2602 2



ni tampoco mayor de, aproximadamente, 35 por ciento en peso de la mezcla, y preferiblemente desde, aproximadamente, 5 hasta, aproximadamente, 15 por ciento en peso de la misma. Para los polipropilenglicoles, otra clase de disolventes primarios útiles en el presente procedimiento de separación y recuperación, la proporción de agua en la mezcla disolvente es, desde, aproximadamente, 8 hasta, aproximadamente, 50 por ciento en peso del disolvente, y preferiblemente desde, aproximadamente, 10 hasta, aproximadamente, 40 por ciento en peso de la mezcla. A medida que aumenta la longitud de cadena del grupo alquileo en los polialquilenoglicoles, disminuyen sus selectividades, a causa de que los hidrocarburos de polaridad relativamente baja, así como otras mezclas de material de alimentación orgánicas, se hacen más solubles en el disolvente. Por lo tanto, es esencial aumentar la proporción de disolvente secundario, tal como agua, en la mezcla disolvente selectiva para incrementar la selectividad del extractante a medida que el disolvente primario se hace menos selectivo.

En un tipo especial de procedimiento de extracción en el que hay que recuperar la totalidad de una determinada clase de materiales a partir de una mezcla de material de alimentación particular, tal como la recuperación de todos los hidrocarburos aromáticos contenidos en un material de alimentación hidrocarbonado mixto, particularmente cuando este último es una mezcla de compuestos de punto de ebullición relativamente altos, se considera normalmente que una mezcla de dos constituyentes disolventes que pertenecen ambos a la clase aquí designada



como disolventes primarios, puede emplearse con eficacia, a condición de que las diferencias en los puntos de ebullición entre los constituyentes disolventes sean suficientes para permitir que el constituyente disolvente --

5 más volátil se vaporice fácilmente del otro constituyente disolvente en la columna de arrastre de disolvente, y se devuelva a la porción inferior de la última columna -- para efectuar el arrastre del componente relativamente --

10 polar, selectivamente disuelto de la mezcla de material de alimentación a partir de la corriente de disolvente -- graso. El punto de ebullición del constituyente disolvente "secundario" relativamente más volátil de la mezcla --

15 disolvente selectiva es, convenientemente, superior al punto de ebullición del componente extraído disuelto a -- partir de la mezcla de material de alimentación y preferiblemente tiene un mayor calor latente de vaporización --

20 que el material de alimentación disuelto, con el fin de proporcionar un arrastre más efectivo del componente último a partir del disolvente graso o corriente de fase -- extracto en la zona de arrastre del presente procedimiento. Una combinación disolvente de esta índole es particularmente adecuada para la extracción y recuperación de --

25 los componentes del material de alimentación que tienen límites de ebullición relativamente altos, tal como por ejemplo, para la recuperación de un hidrocarburo aromático de peso molecular elevado, como un hidrocarburo aromático de anillo condensado o policíclico a partir de una --

30 fracción de queroseno o gas oil o de una fracción de aceite lubricante. Lo mismo que en el uso de mezclas disolventes más volátiles, el constituyente disolvente re-



lativamente volátil de la mezcla disolvente selectiva se hace pasar a la parte inferior de la columna de arrastre en forma de vapor y se pone en contacto con el residuo - disolvente graso, volatilizándolo así el componente de ma-  
5 terial de alimentación restante en el disolvente graso - al aumentar la presión parcial del último componente disuelto en el residuo disolvente. El incremento en la presión parcial del componente polar disuelto residual permite recuperar sustancialmente la totalidad del último -  
10 componente a partir de la mezcla de material de alimentación y constituye una de las ventajas principales del presente invento. Una mezcla disolvente selectiva adecuada que contenga constituyentes con las propiedades arriba - mencionadas, está constituida por mezclas tales como etil-  
15 lenoglicol y dietilenoglicol, propilenoglicol y dipropilenoglicol, etilenoglicol y propileno o dipropilenoglicol, fenol y un alcohol fenol de punto de ebullición más elevado tal como uno de los butilfenoles y otros numerosos - ejemplos de tales mezclas disolventes. Pueden conseguirse  
20 ventajas especiales en la selectividad y en la adaptación del procedimiento a operaciones en gran escala, empleando una mezcla de una o más especies de los disolventes primarios arriba citados con un disolvente secundario, tal como mezclas de dietilenoglicol y dipropileno-  
25 glicol con agua. Tales mezclas se consideran dentro del alcance del presente invento.

El invento se describe además con referencia a -- otros aspectos y para proporcionar una correlación de -- los principios según los que opera el presente procedi-  
30 miento de separación en los diagramas adjuntos que repre



sentan un flujo de procedimiento típico de uno de los aspectos preferidos de este invento para la separación de un compuesto orgánico relativamente polar a partir de una mezcla del mismo con componentes menos polares de una --

5 mezcla de material de alimentación que, para mayor sencillez, se describe con referencia a una fracción de petróleo que contiene uno o más de los hidrocarburos aromáticos relativamente polares. Un material de alimentación --

10 útil de este tipo es el producto de un procedimiento de hidroformado que contenga benceno e hidrocarburos parafínicos y/o hidrocarburos nafténicos en mezcla con el mismo, aunque pueden utilizarse también como material de --

15 alimentación otras mezclas que contengan hidrocarburos aromáticos, incluyendo hidrocarburos olefínicos y cicloolefínicos. Un disolvente particularmente conveniente para la recuperación de los componentes aromáticos de una mezcla de material de alimentación hidrocarbonado es una mezcla de dietilenoglicol-agua que contiene preferible--

20 mente desde, aproximadamente, 5 hasta, aproximadamente, 15 por ciento en peso de agua, una de las combinaciones preferidas de disolventes primario y secundario utilizables en el presente procedimiento. Cuando el producto de

25 seado del procedimiento es un hidrocarburo selectivo específico, tal como benceno, que ha de recuperarse en estado sustancialmente puro, se separa una fracción adecuada del destilado hidrocarbonado inicial que hierve dentro de límites tales que se eliminan otros hidrocarburos aromáticos que hierven por encima o por debajo del pro--

30 ducto deseado; así, por ejemplo, para la recuperación de benceno, se escoge un destilado de petróleo que hierve --



dentro de límites de temperatura algo por debajo del punto de ebullición inicial de los azeotropos de tolueno, y que tiene preferiblemente límites de ebullición superiores e inferiores correspondientes a los límites de temperatura superior e inferior de los límites de ebullición de los azeotropos del benceno que, en el caso de una fracción de petróleo parafínico, están comprendidos entre 70 y 80° C., aproximadamente. Una mezcla de material de alimentación particularmente preferida a la columna de extracción en un procedimiento para la recuperación de benceno, cuya fracción excluye otros componentes no aromáticos del material de alimentación a partir del producto extracto final, es un destilado fraccionado dentro de estrechos límites que hierve entre 68°, aproximadamente, y 80° C., aproximadamente, conteniendo dicha fracción la totalidad del benceno en una fracción determinada de límites de ebullición más amplios, incluyendo sus azeotropos. Cuando el objeto del procedimiento es eliminar la totalidad de los componentes aromáticos a partir de una fracción líquida determinada de hidrocarburos, tal como un destilado de gasolina hidroformado, o separar componentes sulfurosos de una fracción de petróleo, por ejemplo, la totalidad de la fracción puede cargarse en el sistema, si se desea.

Haciendo referencia ahora a los dibujos adjuntos, el invento se explicará con más detalle. Dichos dibujos son diagramas de flujo esquemáticos que representan un aspecto del invento actualmente preferido. Haciendo referencia particularmente a la figura 1, una corriente de hidrocarburo, por ejemplo una corriente de "reformado" -



procedente de una operación de reformador catalítico, en la que una gasolina de obtención directa con límites de ebullición de 71-193° C., aproximadamente, ha sido reformada en presencia de hidrógeno sobre un catalizador que contiene platino, se pasa, a través de la tubería 10 a la tubería 11. Una corriente de composición de cabecera de prefraccionador, recuperada de una operación de prefraccionamiento en una unidad de destilación de crudo y que comprende una gasolina de obtención directa de punto final bajo, se introduce, a través de las tuberías 14 y 16, en dicha tubería 11, donde se mezcla con dicha corriente de reformado. La corriente combinada en la tubería 11 se pasa a través del cambiador térmico 12, tubería 13, y se introduce en la torre de estabilizador de reformador 17 donde se fracciona. Se elimina por la cabecera de dicha torre 17, a través de la tubería 18, el condensador 19, y el acumulador 21, una corriente de producto de cabecera que contiene hidrógeno e hidrocarburos  $C_1$  a  $C_4$ . Dicha corriente de producto de cabecera puede conducirse convenientemente al sistema de gas combustible. Como se comprenderá por los especialistas en esta técnica, solamente se condensa una porción de dicha corriente de cabecera en el condensador 19 y se recupera como líquido en dicho acumulador 21. Una porción del líquido procedente del acumulador 21, se devuelve a dicha torre 17, a través de la tubería 22, como reflujo, en una cantidad suficiente para mantener la temperatura deseada superior de la torre sobre dicha torre 17. Los gases no condensados procedentes del acumulador 21, pasan, a través de la tubería 23, a dicho sistema de gas combus



tible. El líquido producido a partir de dicho acumulador 21, se pasa, a través de la tubería 24 a dicho sistema de gas combustible.

5 Desde el fondo de dicha torre 17 se retira, a través de la tubería 26, una corriente de colas que contiene una pequeña cantidad de hidrocarburos  $C_3$  junto con la totalidad de los hidrocarburos normalmente líquidos presentes en la corriente de alimentación a dicha torre 17. Una parte de dicha corriente de colas en la tubería 26 -  
10 se devuelve a dicha torre 17, a través de la tubería 27- y el rehervidor 28, donde se calienta a una temperatura suficiente para suministrar el calor necesario para mantener condiciones de fraccionamiento en dicha torre 17. Como se ve, dicho rehervidor 28 puede ser un cambiador -  
15 térmico en el que dicha corriente de colas se intercambia térmicamente con cualquier otra corriente adecuada - que contenga la cantidad necesaria de calor, o dicho rehervidor 28 puede ser un horno calentado a fuego directo o cualquier otro medio de calefacción conveniente.

20 El producto de colas procedente de la torre 17 se pasa, a través de dicha tubería 26 a la torre de "despentanizar" 29 y se fracciona allí en una corriente de - cabecera que contiene principalmente hidrocarburos  $C_4$  y  $C_5$ , una pequeña cantidad de hidrocarburos  $C_3$ , una pequeña  
25 cantidad de hidrocarburos ligeros  $C_6$ , una pequeña cantidad de metilciclopentano, y una pequeña cantidad de benceno. Dicha corriente de cabecera se retira por la tubería 31, se condensa en el condensador 32, y pasa al acumulador 33. Una parte del líquido procedente del acumulador 33 pasa, a través de la tubería 34, a la parte su  
30



280212

perior de dicha torre 28, como reflujo para la misma. El resto del líquido procedente del acumulador 33 pasa, a través de la tubería 36 al tanque-depósito 37.

5 Dicha corriente de colas procedente de la torre 28, retirada a través de la tubería 38, contiene una pequeña cantidad de hidrocarburos ligeros  $C_6$  y la totalidad de los otros hidrocarburos normalmente líquidos de punto de ebullición más alto que estaban presentes en la alimentación a dicha torre 28. Una parte de dicha corriente en la tubería 38 se devuelve al fondo de la torre 28, a través de la tubería 39 y el rehervidor 41, para suministrar calor para mantener condiciones de fraccionamiento en dicha torre 28. Dicho rehervidor 41 puede ser cualquier tipo conveniente de medio de calefacción tal como un cambiador térmico o un horno calentado a fuego directo. Dicha corriente de colas en la tubería 38 se introduce en la torre de "deshexanizar" 42 donde se fracciona en una corriente de cabecera que se elimina por la tubería 43 y una corriente de productos de colas que se elimina por la tubería 44.

15 Dicha corriente de cabecera en la tubería 43 se -- condensa en el condensador 46 y pasa al acumulador 47. Una parte del líquido procedente del acumulador 47 se devuelve a la parte superior de dicha torre 42, a través de la tubería 48, como reflujo. El resto del líquido contenido en dicho acumulador 47 pasa a través de la tubería 49 al tanque de concentrado de benceno 51. Dicha corriente de concentrado de benceno contiene principalmente benceno, una pequeña cantidad de hidrocarburos  $C_6$  distintos del benceno (fracciones ligeras  $C_6$ ) y una pequeña



260212

cantidad de metilciclopentano y tolueno.

Una parte de dicha corriente de productos de colas retirada de la torre 42 por la tubería 44, se devuelve, por la tubería 52 y el calderín 53, al fondo de dicha torre 42 para suministrar calor a la misma. El resto de dicha corriente de productos de colas se pasa, por la tubería 54 y el cambiador térmico 12, al depósito 56. Dicha corriente de productos de colas contiene una pequeña cantidad de benceno, hidrocarburos  $C_6$  de punto de ebullición mayor que el benceno, e hidrocarburos aromáticos y no aromáticos que hierven por encima de dicho benceno.

Como se comprenderá por los expertos en esta técnica, dichas torres de fraccionamiento 17, 28 y 42 pueden trabajar bajo una gran variedad de condiciones, según sean los materiales cargados en las mismas y el producto que se quiere recuperar de dicha torre 42, particularmente los límites de ebullición del producto que se quiere recuperar como corriente de cabecera de dicha torre 42. De acuerdo con el invento, la corriente de cabecera de dicha torre 42, la corriente de concentrado de benceno, se carga en la operación de extracción con disolvente ilustrada en la figura 2 y se recuperan el benceno y/o los otros aromáticos contenidos en la misma. Si se quiere recuperar benceno de gran pureza sin necesidad de fraccionar el producto de extracto de la operación ilustrada en la figura 2, entonces, el material recuperado como cabecera de dicha torre 42, será un material de límites de ebullición relativamente estrechos, hirviendo dicho material entre 68 y 80° C., aproximadamente. Por el contrario, si se quiere recuperar junto con dicho ben



260212

ceno, productos aromáticos distintos de benceno, tal como tolueno y xilenos, entonces los límites de ebullición de dicha corriente de concentrado de benceno serán suficientemente amplios para abarcar dichos tolueno y xileno, es decir, de 68 a 111<sup>o</sup> C., si se quiere recuperar tolueno.

Haciendo ahora referencia a la figura 2, se bombea concentrado de benceno desde el tanque depósito 51 (figura 1), por medio de una bomba, no representada, y a través del conducto 60, a la columna de extracción 61. Dicha bomba aumenta la presión en el sistema hasta una presión superior a la atmosférica, preferiblemente entre los límites de 0,5, aproximadamente, y 20 atmósferas, aproximadamente, nivel de presión suficiente para mantener condiciones de fase sustancialmente líquida para el funcionamiento de la etapa de extracción del procedimiento bajo condiciones de contacto de fase líquido-líquido, aunque también es factible el funcionamiento en fase líquido-gas de dicha columna de extracción 61, sin apartarse del alcance del invento. Dicha mezcla de material de alimentación se calienta, por medios no representados, antes de la introducción en dicha torre 61, a una temperatura por encima del punto de ebullición del constituyente disolvente secundario a la presión mantenida en la columna de arrastre subsiguiente que se describe después. Cuando se trata de agua, dicha temperatura está preferiblemente comprendida entre unos 100 y unos 150<sup>o</sup> C., aunque pueden emplearse en la práctica del invento temperaturas mayores o menores para otras mezclas de material de alimentación y para otros disolventes selectivos adecuados para di-



28

chas operaciones de recuperación. En general, las corrientes de disolvente y material de alimentación se calientan convenientemente a temperatura aproximadamente igual, dependiendo esta última del material de alimentación y de la mezcla disolvente que se empleen, y particularmente de las presiones que se mantengan en las etapas de extracción y arrastre del procedimiento. Por ejemplo, pueden emplearse temperaturas tan altas que lleguen hasta 350-400° C. para la recuperación de hidrocarburos aromáticos polinucleares de alto punto de ebullición a partir de un material de alimentación de queroseno o gas-oil.

Como se ha indicado, dicho material de alimentación en la tubería 60 se introduce por un punto intermedio de la columna de extracción 61 entre la abertura de fase de salida de refinado 62 y la abertura de fase de salida de extracto 64. Cuando el sistema trabaja en condiciones tales que se introduce una corriente de reflujo en dicha columna 61 por su parte inferior para desalojar componentes de refinado de la fase extracto, según se describe con más detalle más adelante, el material de alimentación se introduce aproximadamente en la sección central de la columna para proporcionar suficiente contacto en contracorriente entre las respectivas corrientes que entran en dicha columna. En un aspecto del invento actualmente preferido, el material de alimentación introducido por la tubería 60, se pone en contacto en contracorriente dentro de dicha columna 61, con un disolvente que contiene una solución acuosa de dietilenoglicol que contiene desde, aproximadamente 5 por ciento hasta, aproximadamente, 15 por ciento en peso de agua. Dicho disolvente -



se introduce en dicha columna por el conducto 63.

Dicha columna de extracción 61 puede ser cualquier disposición adecuada de equipo de extracción líquido-líquido diseñada para poner en íntimo contacto y mezclar -  
5 los líquidos que son, por lo menos, parcialmente inmisci-  
bles entre sí, preferiblemente por flujo en contracorrien-  
te a través del mismo, y puede ser una torre rellena que  
contenga un relleno con área superficial grande, tal como  
sillas berl, astillas de cuarzo, etc. una columna de pla-  
10 tos de tamiz o perforados, o una columna de platos de --  
burbujeo. Un tipo de columna actualmente preferido com--  
prende una columna sustancialmente cilíndrica equipada -  
con bandejas Koch Kaskade.

La velocidad de flujo de disolvente selectivo a la  
15 columna de extracción respecto a la acción a la veloci--  
dad de carga de material de alimentación depende mútua--  
mente de algunos otros factores que existen en el inte--  
rior del sistema, y particularmente de la pureza deseada  
del producto de benceno final que se quiere recuperar.  
20 Así, por ejemplo, un material de alimentación que conten-  
ga una concentración relativamente baja de los componen-  
tes deseados, tal como benceno, permitirá una velocidad-  
de carga de disolvente menor, aunque esta última pueda -  
mantenerse a una velocidad elevada, incluso en el caso -  
25 de que el material de carga contenga una baja concentra-  
ción del componente deseado, con el fin de recuperar sus-  
tancialmente la totalidad del último componente a partir  
del material de alimentación, o recuperarlo en un estado  
de pureza elevado. La velocidad de carga de material de  
30 alimentación puede mantenerse también en un valor infe--



rior, cuando se aumenta la selectividad del disolvente -  
por incorporación de una mayor proporción del constitu--  
yente disolvente secundario del mismo, como sucede en el  
caso de agua en una solución acuosa de dietilenoglicol.

5 En general, las relaciones convenientes de disolvente se  
lectivo a mezclas de material de alimentación cargadas -  
en la columna de extracción por disolvente pueden variar  
desde, aproximadamente, 0,5 a 1 hasta aproximadamente 30  
a 1, o más, preferiblemente desde aproximadamente 5 a 1-  
10 hasta aproximadamente 20 a 1 proporciones en volumen del  
mismo, según sean las variables anteriormente menciona--  
das.

El material de alimentación hidrocarbonado en su -  
punto de entrada en la columna de extracción 61, es de -  
15 densidad considerablemente inferior que el disolvente de  
dietileno glicol de peso específico relativamente mayor-  
que se deja entrar por la parte superior de la columna y  
fluye en sentido ascendente a través de la corriente que  
fluye en sentido descendente de extracto-disolvente, --  
20 cuando los dos líquidos sustancialmente inmiscibles se -  
introducen en la columna 61 por sus respectivas abertu--  
ras de entrada. Como el disolvente de dietilenoglicol --  
acuoso disuelve selectivamente el benceno y otros compo-  
nentes aromáticos del material de alimentación, con rela-  
25 ción a los otros hidrocarburos de la mezcla de material-  
de alimentación, los aromáticos tienden a disolverse en-  
la fase disolvente, dejando una fase hidrocarburo refina  
do esencialmente insoluble, relativamente pobre en aromá-  
ticos y constituida principalmente por parafinas, olefi-  
30 nas, y naftenos presentes en la mezcla de material de --

26 02 12



alimentación. El refinado se va enriqueciendo progresivamente en hidrocarburos alifáticos y nafténicos y empobreciendo relativamente en aromáticos, a medida que asciende por la columna en contacto con el extractante de glicol acuoso. La fase refinado que comprende hidrocarburos sustancialmente insolubles en el disolvente, contiene -- sin embargo una proporción secundaria de disolvente disuelto, que, aunque es pequeña en cantidad absoluta, sin embargo cuando se retira continuamente del flujo del sistema, representa una pérdida sustancial cuando se trabaja en gran escala, si no se recupera de la corriente de refinado efluyente.

La columna de extracción 61, puede funcionar dentro de amplios límites de temperaturas, por ejemplo entre -- unos 26 y unos 204° C., preferiblemente entre 65 y 135°C. La temperatura en toda la columna puede mantenerse igual o, si se desea, puede mantenerse un gradiente de temperatura. Las temperaturas empleadas en dicha columna 61, dependerán de la selectividad del disolvente para el componente que se está extrayendo, de la cantidad de dicho -- componente extraído que hay que extraer, etc. Como se ha indicado antes, la selectividad del disolvente para el material que se está extrayendo puede variarse variando la cantidad del componente disolvente secundario incluido con el componente disolvente primario. Así, por ejemplo, la cantidad de componente disolvente secundario y -- la temperatura de la columna de extracción 61 varían -- usualmente en la misma dirección, es decir, con proporciones mayores de componente disolvente secundario, las temperaturas empleadas en la columna de extracción son --

26 02 12



mayores.

5 La fase refinado formada en la columna de extrac-  
ción 61 se retira como cabecera de la misma por la tubería  
62, pasa por el refrigerador 66, y se introduce, a través  
de la tubería 67, en la T de mezclado 68, donde se mezcla  
10 con una corriente de agua de lavado introducida en dicha  
T de mezclado 68 desde la tubería 69. El agua así intro-  
ducida en el flujo disuelve fácilmente y extrae el disol-  
vente de los hidrocarburos refinados y recupera dicho di-  
solvente para ser devuelto al sistema. La mezcla de agua  
e hidrocarburos en la tubería 70 se pasa al acumulador -  
de refinado 71, donde se produce una separación de fase-  
entre agua e hidrocarburos. La capa de hidrocarburo se re-  
15 tira por la tubería 72, que se extiende hasta la capa hi-  
drocarbonada superior y se pasa a través de dicha tubería  
72 a almacenaje. Dichos hidrocarburos comprenden hidro-  
carburos sustancialmente no aromáticos, como se explica-  
con más detalle después. La capa acuosa que se acumula en  
dicho acumulador 71 se retira, a través de la tubería 73  
20 pasa por el vaporizador de vapor de arrastre o cambiador  
térmico 74, donde se vaporiza en forma de vapor, y se in-  
troduce luego en la parte inferior de la columna de ---  
arrastre 76 para arrastrar hidrocarburos aromáticos de -  
la fase extracto como se describe con más detalle poste-  
riormente.

25 La fase extracto relativamente densa o disolvente-  
graso que se acumula en la parte inferior de dicha colum-  
na de extracción 61, contiene la proporción principal de  
los hidrocarburos aromáticos que hay que recuperar. Di-  
30 cha fase extracto se retira de la columna 61 por la tube



260212

ría 64 y se introduce por la parte superior de la columna de arrastre 76. Esta columna, que trabaja aproximadamente como una cámara de "relámpago" o "flash" en su parte superior, y una columna de destilación por debajo de la sección de cámara de "relámpago", está diseñada preferiblemente para que funcione a una presión algo menor -- que la columna de extracción 61, usualmente a una presión sustancialmente atmosférica cuando la zona de extracción 61 trabaja a una presión superior a la atmosférica, con el fin de efectuar la vaporización de una parte, por lo menos, de los componentes del disolvente graso, más volátiles que el disolvente primario de dietilenoglicol.

El residuo de fase extracto o disolvente graso formado en la columna de arrastre 76 como resultado de la destilación "relámpago" en la sección superior de la columna, está sustancialmente enriquecido en benceno disuelto y en cualesquiera otros aromáticos presentes, y fluye en sentido descendente por la columna 76 hasta la sección de destilación de la misma, donde los componentes aromáticos disueltos son destilados del disolvente por el calor procedente del rehervidor 78, y la corriente de arrastre de devolución caliente introducida en la columna.

Los vapores resultantes de vapor de agua e hidrocarburos aromáticos se retiran como cabecera por la columna de arrastre 76, a través de la tubería 77, junto con los vapores ligeros de destilación "relámpago" en la parte superior de dicha columna 76. Dicha corriente de cabecera en la tubería 77 entra en el condensador 80 que funciona a una temperatura suficientemente baja para con



25 00 12

5 densar dichos vapores. El condensado líquido resultante se pasa, a través de la tubería 79, al acumulador arrastrador 81, donde los hidrocarburos y la fase acuosa, mutuamente inmiscibles en forma líquida, se dejan estratificar para separación subsiguiente por decantación. Dicha fase acuosa se retira del acumulador 81, por la tubería 82, y se bombea por medio de la bomba representada a la tubería 69, para introducción en dicha T de mezclador 68 como agua de lavado de refinado descrita anteriormente. En el funcionamiento continuo a lo largo de un período de tiempo con el procedimiento trabajando a una velocidad de carga relativamente constante, la cantidad de agua separada por la cabecera de la columna de arrastre 76, será sustancialmente constante. El agua contenida en la fase disolvente en dicha columna de arrastre 76 permanecerá, pues, sustancialmente constante, y la cantidad de agua de compensación, que se describe más adelante, necesaria para ser añadida al sistema, es una cantidad relativamente pequeña.

15  
20 La capa superior de benceno o hidrocarburos aromáticos que se acumula en el acumulador 81, se retira del mismo por la tubería 83 y pasa, por medio de la bomba representada, a través de la tubería 84, a la columna de fraccionamiento de benceno 86. En dicha columna 86 se --  
25 fraccionan los hidrocarburos aromáticos y se retira de dicha columna, por la tubería 87, una corriente de benceno de calidad para nitración, que se pasa por el condensador 88 y al acumulador de benceno 89. El producto benceno se retira de dicho acumulador 89 por la tubería 91-  
30 y pasa, por la tubería 92, a almacenaje como un producto

260212



5 del procedimiento. Una parte de dicho producto benceno - de la tubería 92 se devuelve a la parte superior de dicha columna 86, a través de la tubería 93, como reflujo para la misma, en una cantidad suficiente para mantener la -- temperatura y el grado de fraccionamiento deseados en di -- cha columna 86.

10 Se suministra calor al fondo de la columna de ben- ceno 86 por medio de un rehervidor 94, a través del cual se hace circular una corriente de líquido de colas desde y hacia dicha columna 86, según se ha indicado. Dicho re -- hervidor 94 puede ser cualquier medio de calefacción con -- veniente. Por la parte del fondo de la columna 86, a tra -- vés de la tubería 96, se retira una corriente de produc -- tos de colas que comprende tolueno y aromáticos de punto -- 15 de ebullición mayor, y se pasa por el refrigerador 97 y -- la tubería 98 a almacenaje. Según sea la pureza de la co -- rriente de concentrado de benceno cargada en el sistema -- por la tubería 60, dicha corriente que contiene tolueno -- en la tubería 96 puede ser una corriente de tolueno de -- 20 calidad esencialmente para nitración. Si en dicha corrien -- te en la tubería 96 hay presentes hidrocarburos aromáti -- cos que hierven por encima del tolueno, puede recuperarse -- el tolueno de la misma pasando dicha corriente de la -- tubería 96 a otra columna de fraccionamiento no represen -- 25 tada.

30 Una parte de la corriente que contiene benceno en -- la tubería 84 se devuelve, de acuerdo con el método ope -- ratorio preferido del procedimiento, a través de la tube -- ría 99, el calentador de reflujo 101, y la tubería 102, -- a la porción del fondo de la columna de extracción 61.



El benceno y otros aromáticos contenidos en dicha corriente de reflujo, cuando se introducen en la parte inferior de la columna de extracción 61, desplazan, por lo menos, un volumen equivalente de hidrocarburos no aromáticos --

5 que tienden a disolverse en el disolvente y que, de otro modo, estarían presentes en la fase extracto según se retira de dicha columna 61 a través de la tubería 64. El desplazamiento físico de los hidrocarburos no aromáticos disueltos de modo menos preferencial a partir de dicha

10 fase extracto con los hidrocarburos aromáticos disueltos de modo preferencial disminuye la cantidad de los hidrocarburos no aromáticos en la fase extracto y facilita la separación de los productos aromáticos deseados en la columna de arrastre 76. Como se ha indicado, el conducto

15 de devolución 102 descarga la corriente de reflujo aromática en la parte del fondo de la columna de extracción 61, y preferiblemente en dicha columna en su extremo inferior en un punto inmediatamente por encima de la abertura de salida de fase extracto de la columna, para permitir un máximo contacto en contracorriente de dicha corriente de reflujo con dicha fase extracto antes de la

20 eliminación de esta última de dicha columna 61. La cantidad de dicho reflujo puede variar dentro de amplios límites según sea la pureza deseada de los aromáticos recuperados. Por ejemplo, puede usarse una relación de reflujo

25 de 1 a 10 partes (o más) en peso de aromático devuelto por cada parte de aromático recuperado. Usualmente, se prefiere una relación de reflujo de, aproximadamente, 3-a, aproximadamente, 8 partes en peso de aromático devuelto por cada parte en peso de aromático recuperado.

30

203212



El disolvente pobre, esencialmente libre de hidrocarburos aromáticos y que contiene aproximadamente la -- cantidad de agua deseada para proporcionar la composi--- ción disolvente selectiva presente, se acumula en la par

5 te del fondo de la columna de arrastre 76 y se retira de la misma, a través de la tubería 102 y la bomba 104 a la tubería 106 desde donde pasa por el vaporizador de vapor de arrastre o cambiador térmico 74, donde cede por lo me

10 nos una parte de su calor sensible para transformar en vapor el agua devuelta desde la tubería 73, cuyo vapor -- se introduce como vapor de arrastre en dicha columna 76, como se ha descrito anteriormente. El disolvente ahora -- parcialmente enfriado se pasa por la tubería 107, se enfría nuevamente en el refrigerador de disolvente 108, y

15 pasa, por las tuberías 109 y 111, al tanque de agitación de disolvente 112. La bomba 113 bombea disolvente desde dicho tanque de agitación de disolvente a la tubería 63-- para introducción en la columna de extracción 61 como se ha descrito anteriormente. Pueden introducirse en el sis

20 tema componente disolvente primario de compensación y -- componente disolvente secundario de compensación, en las cantidades deseadas, por las tuberías 114, y 115, respectivamente, mezclarse en la tubería 116, y luego introducirse en el tanque de agitación de disolvente 112 para --

25 ajustar la composición de dicho disolvente antes de su retorno a la columna de extracción 61. Una parte del disolvente parcialmente enfriado, del vaporizador de vapor de arrastre 74, se pasa por la tubería 117 y por el calentador de reflujo 101, para calentar dicha corriente --

30 de reflujo y luego se introduce por las tuberías 118 y --



111 en dicho tanque de agitación de disolvente 112.

Si se considera conveniente o necesario, puede --  
trasladarse una parte del disolvente pobre desde la bom-  
ba 104, a través de la tubería 119, a la columna de "re-  
5 circulación" de disolvente 121. En dicha columna 121, el  
disolvente contaminado se destila en vacío a una presión  
de 0,021 kg./cm.<sup>2</sup> abs. y una temperatura de columna en -  
la parte superior de unos 37,7° C., retirándose agua y -  
otras impurezas de punto de ebullición relativamente ba-  
10 jo, como cabecera, por la tubería 122, por medio de los-  
chorros de vacío representados. En dicha columna 121, el  
líquido de reflujo se acumula en un plato anular no re--  
presentado, y se retira, por la tubería 123 y la bomba -  
124. Una parte de dicha corriente de reflujo se pasa a -  
15 través del refrigerador de reflujo 126 y se retorna a la  
parte superior de la columna 121 para mantener la tempe-  
ratura deseada en la parte superior de dicha columna.  
Otra parte de dicha corriente de reflujo se retorna a di-  
cha torre para refluir la parte de dicha columna por de-  
20 bajo de dicho plato anular. Otra parte más de la corrien-  
te de reflujo, que es en realidad disolvente purificado,  
se retorna al sistema por la tubería 111. Las impurezas-  
densas contenidas en el disolvente se retiran de dicha -  
columna 121 por la tubería 127. Se suministra calor a di-  
25 cha columna 121 por medio del serpentín del rehervidor -  
128.

El siguiente ejemplo servirá para ilustrar más el-  
invento:

EJEMPLO

30 Una corriente de concentrado de benceno que tenía-



la composición que se indica en la columna señalada con-  
(13) en la Tabla I que se da más adelante, y preparada -  
de acuerdo con el procedimiento ilustrado en la figura 1  
se introduce, a través del conducto 60, en la columna de  
5 extracción 61 de la figura 2. Dicha corriente de concen-  
trado de benceno se extrae luego con disolvente y los --  
aromáticos se retiran de la misma de acuerdo con el pro-  
cedimiento ilustrado en dicha figura 2, y empleando las-  
composiciones y cantidades de disolvente que se dan más-  
10 adelante en la Tabla I. En el funcionamiento de este --  
ejemplo, dicha columna de extracción 61 trabaja a una pre-  
sión de unas 4,92 kg./cm.<sup>2</sup> abs. y con una temperatura su-  
perior y de fondo de unos 107° C. Dicha corriente de con-  
centrado de benceno introducida por la tubería 60, y la-  
15 corriente de disolvente introducida por la tubería 63, -  
se introducen ambas en dicha columna 61 a una temperatu-  
ra de unos 107,2° C. La columna de arrastre 76 trabaja -  
con una temperatura de columna superior de unos 78° C., -  
una presión de torre superior de 1,40 kg./cm.<sup>2</sup> abs., apro-  
20 ximadamente, una temperatura de torre inferior o de fon-  
do de unos 167° C., y una presión de torre en el fondo -  
de 1,61 kg./cm.<sup>2</sup> abs., aproximadamente. La fase extracto  
se introduce en dicha columna de arrastre a una tempera-  
tura de unos 107,2° C. El vapor de arrastre se introduce  
25 por la parte inferior de dicha columna de arrastre 76 a-  
una temperatura de unos 115° C. La columna de benceno 86  
trabaja a una temperatura de torre superior de unos 98° C.,  
una presión de torre superior de 1,75 kg./cm.<sup>2</sup> abs., apro-  
ximadamente, una temperatura de torre inferior de unos -  
30 115° C. y una presión de torre inferior de 2,10 kg./cm.<sup>2</sup>

260212



abs., aproximadamente. La cantidad de calor suministrada al fondo de dicha columna de arrastre 76 y dicha columna de benceno 86 por medio de rehervidores 78 y 94, respectivamente es una cantidad necesaria para mantener las —

5                    condiciones descritas dentro de dichas torres. Los acumu-  
ladores 71, 81 y 89 trabajan todos a una temperatura de unos 43º C. pasando suficiente agua de enfriamiento a —  
través de los refrigeradores o condensadores 66, 78 y 88 para mantener dichas temperaturas.

10                    Los resultados de esta operación se resumen en la-  
Tabla I que se da a continuación. En dicha Tabla I, los-  
números entre paréntesis, que figuran en la parte supe-  
rior de las columnas de la misma, se refieren a números-  
de las tuberías en la figura 2.

TABLA I

CORRIENTE - KG./H.

Componente	Alimentación de extractor	Fase re- finado	Reflujo extractor	Fase ex- tracto	Disol- vente	Agua de vuelta	Producto refinado	Agua de lavado	Cabezas Arrastra- dor
	(60)	(62)	(102)	(64)	(63)	(73)	(72)	(69)	(77)
Ligeros C <sub>6</sub>	145,5	144	11,5	13,1			140,8		13,0
MCP	111,2	108	22,4	25,4			108		25,4
Benceno	2820	56,7	22000	23175			56,7		23175
Ciclohexano	302	2960	62,2	70,4			295,7		70,4
Parafinas C <sub>7</sub>	2280	2280	20,1	22,8			2280		22,8
Tolueno	29,4	1,3	208	236			1,3		236
H <sub>2</sub> O		1,8		2785	2785	2530		2530	2530
Di E. glicol		36,3		52700	53000	117,0		77,1	77,1
Total kg./h.	5688,1	5588,1	22324,2	79027,7	55785	2647,0	2882,5	2507,1	26149,7



TABLA I (Parte derecha de la tabla)

Arrastrador HC	Alimentación columna benceno	Disolvente arrastrado	Disolvente a ca- lentador reflujo	Disolvente a re- frigera- dor di- solvente	Disolven- te a "re- circula- ción"	Cabezas columna de ben- ceno	Reflujo columna benceno	Producto benceno	Colas co- luma de benceno
(83)	(84)	(103)	(117)	(107)	(119)	(87)	(93)	(92)	(96)
13,0	1,5					3,6	2,1	1,5	--
25,4	3,0					7,2	4,1	3,0	--
23175	2760					6425	3705	2725	35,3
70,4	8,4					19,8	11,5	8,4	--
22,8	2,7					6,1	3,4	2,6	0,1
236	28,1					2,8	1,7	1,2	26,9
		2790	2340	425	28,1				
		52700	44500	8025	530				
23542,6	2803,7	55490	46840	8450	558,1	6464,5	3727,8	2741,7	62,3

26





Como se ha indicado arriba, las condiciones operatorias en la columna de extracción 61, variarán de acuerdo con la composición de la corriente de carga a la misma y la pureza deseada de las corrientes aromáticas que hay que recuperar a partir de dicha corriente de carga. Se sobrentenderá por los especialistas en esta técnica, que, aunque se han explicado condiciones operatorias específicas para la columna de arrastre 76 y la columna de benceno 86 y otros aparatos en el Ejemplo anterior, el invento no se limita a dichas condiciones operatorias específicas, ya que las condiciones operatorias en dichas columnas y en otros aparatos variarán de acuerdo con las corrientes que se carguen en los mismos.

Según sea la composición de la corriente de alimentación en la tubería 60 y las condiciones operatorias y el disolvente usado en la columna de extracción 61, la fase extracto introducida en la columna de arrastre 76 a través de la tubería 64, puede contener a veces pequeñas cantidades de hidrocarburos no aromáticos, tal como parafinas, olefinas y/o naftenos. En tales casos, dichos hidrocarburos no aromáticos se retirarán como fracciones de cabecera de la columna de arrastre 76, a través de la tubería 77, y contaminarán el producto hidrocarburo aromático deseado. En la mayoría de los casos, dichos hidrocarburos no aromáticos hervirán por debajo del benceno y pueden separarse del mismo por destilación. Así, pues, en otro aspecto del invento, se emplea otra columna de fraccionamiento A por delante de la columna de benceno 86. En este caso, los hidrocarburos procedentes de la tubería 84 se cargan en dicha columna de fraccionamiento A,



dichos hidrocarburos no aromáticos se retiran como cabecera de la misma, y los hidrocarburos aromáticos se retiran por el fondo del fraccionador A y se cargan en la columna de benceno 86.

5                    En otro aspecto adicional del invento, cuando la fase extracto contiene dichos hidrocarburos no aromáticos, dicha fase extracto puede pre-arrastrarse en una columna de fraccionamiento B colocada en el flujo por delante de la columna de arrastre 76. En este aspecto del invento, se retira como cabecera de dicho fraccionador B una corriente que comprende dichos hidrocarburos no aromáticos y una parte de los aromáticos de bajo punto de ebullición, es decir, benceno. Dicha corriente de cabecera se retorna a la parte inferior de la columna de extracción 61, como reflujo para la misma. Como, en el trabajo continuo, se establecerán condiciones de equilibrio, la corriente de colas procedente de dicho fraccionador B contendrá la misma cantidad de benceno que en el material de alimentación, la totalidad de los aromáticos de punto de ebullición mayor, y el disolvente procedente de dicho extracto. Dicha corriente de colas se carga después en la columna de arrastre 76, donde se separan los hidrocarburos aromáticos del disolvente, retirándose dichos hidrocarburos aromáticos como cabecera y luego se cargan en la columna de benceno 86, para fraccionar de una manera análoga a la descrita anteriormente. Se retira disolvente pobre por el fondo de la columna de arrastre 76 y se retorna a dicha columna de extracción 61. El contenido de agua de dicho disolvente pobre puede ajustarse, si es necesario, por adición de vapor libre en la



columna 76 o por adición de agua a dicho disolvente antes de su introducción en la columna de extracción 61. En este aspecto del invento, puede separarse agua de dicha corriente de cabecera, a partir de dicho fraccionador B, antes de su retorno a la columna de extracción 61 y emplearse como agua de lavado para la fase refinado procedente de la columna de extracción 61, o dicha fase refinado puede lavarse con una corriente de agua aparte. En todo caso, dicha agua de lavado puede emplearse como el agua o vapor usador para ajustar el contenido de agua de dicho disolvente pobre.

En otro aspecto aun, cuando la fase extracto contiene dichos hidrocarburos no aromáticos, la columna de arrastre 76 puede trabajar para destilar como destilación "relámpago" o "flash" como cabecera sustancialmente la totalidad de los no aromáticos de punto de ebullición inferior, algo de benceno y algo de agua. Dicha corriente de cabecera se condensa, se acumula en el primer acumulador, se efectúa una separación de fase entre agua e hidrocarburos, y la fase hidrocarburo retorna a dicha columna de extracción 61 como reflujo para la misma. El resto del benceno, los aromáticos de punto de ebullición mayor, y algo de agua contenidos en dicha fase de extracto, se retiran de dicha columna de arrastre 76 como corriente secundaria, se acumulan en un segundo acumulador separado de dicho primer acumulador, y se efectúa una separación de fase entre agua e hidrocarburos. Dichos hidrocarburos separados pueden recuperarse como un producto del procedimiento o pueden cargarse en la columna de benceno 86 para fraccionar de una manera análoga a la descrita -



5 anteriormente. Si se desea, una parte de dichos hidrocarburos separados procedentes de dicho segundo acumulador, puede retornarse a dicha columna de extracción 61 como -  
reflujo para la misma. Las fases acuosas procedentes de dichos acumuladores pueden usarse para lavados acuosos -  
de la fase refinado procedente de dicha columna de ex-  
tracción 61, para recuperar la pequeña cantidad de disolvente en ella disuelto.

10 Por la descripción anterior se comprende claramente que la fase extracto procedente de dicha columna de extracción 61 puede tratarse de varias maneras para recuperar los hidrocarburos aromáticos deseados de la misma. Así, pues, el invento no debe limitarse al método específico ilustrado en la figura 2 adjunta.

15 Aunque el invento, tal como se ha descrito anteriormente, producirá benceno y/o tolueno de calidad para nitración, puede ser conveniente, en algunos casos en que se deseen productos de pureza excepcional, tal como pureza esencialmente de 100 %, tratar los hidrocarburos aromáticos recuperados con arcilla o con otro reactivo para  
20 eliminar impurezas en indicios. Dicho tratamiento se considera comprendido dentro del alcance del invento.

25 Aunque ciertos aspectos del invento se han descrito con fines ilustrativos, el invento no se limita lógicamente a los mismos. Otras varias modificaciones serán evidentes para los expertos en esta técnica, a la vista de esta descripción. Tales modificaciones están comprendidas dentro del espíritu y el alcance del invento.



26 12

N O T A

5 Los puntos de invención propia, no nueva, pero no-  
establecida, practicada ni divulgada en España, que se -  
presentan para que sean objeto de esta Patente de Intro-  
ducción, por DIEZ años, son los siguientes:

10 1ª.- Un procedimiento para separar un hidrocarburo  
aromático desde una mezcla de hidrocarburos que comprende  
hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos no aromáticos,-  
tales como hidrocarburos parafínicos, cuyo procedimiento  
comprende: poner en contacto dicha mezcla en una zona de  
extracción por disolvente, con un disolvente selectivo -  
orgánico que contiene oxígeno, y que posee un mayor po-  
15 der disolvente para dichos hidrocarburos aromáticos que  
para dichos hidrocarburos no aromáticos en condiciones -  
de extracción por disolvente, para formar una fase de re-  
finado y una fase de extracto; separar dichas fases y re-  
cuperar dicho hidrocarburo aromático desde dicha fase de  
extracto.

20 2ª.- El procedimiento del punto 1ª, caracterizado-  
además porque dicho disolvente selectivo comprende un -  
constituyente disolvente primario, caracterizado por la-  
fórmula siguiente:



30 donde: R puede ser un átomo de hidrógeno, un grupo meti-  
lo, un grupo etilo, un grupo propilo o un grupo butilo;-  
cada R' puede ser un átomo de hidrógeno, un grupo metilo,  
un grupo etilo o un grupo propilo; R'' puede ser un átomo



de hidrógeno, un grupo metilo o un grupo propilo; n es un número entero que tiene un valor de 2 a 5 inclusive; y x es un número entero que tiene un valor de 1 a 15 inclusive cuando n es 2, de 1 a 13 inclusive cuando n es 3, de 1 a 12 inclusive cuando n es 4 y de 1 a 10 inclusive cuando n es 5.

5  
10  
3º.- El procedimiento del punto 2º, caracterizado porque dicho disolvente selectivo comprende una mezcla de dicho constituyente disolvente primario y un constituyente disolvente secundario que tiene un punto de ebullición menor que el de dicho constituyente disolvente primario.

15  
4º.- El procedimiento del punto 3º, caracterizado porque dicho constituyente disolvente secundario es agua y está presente en dicha mezcla en una cantidad de 0,5- a 75 % en peso aproximadamente.

5º.- El procedimiento del punto 4º, caracterizado además porque dicho constituyente disolvente primario es glicol dietilénico.

20  
6º.- El procedimiento del punto 4º, caracterizado además porque dicho constituyente disolvente primario es metil carbitol (el éter monometílico de glicol dietilénico).

25  
7º.- El procedimiento del punto 4º, caracterizado además porque dicho constituyente disolvente primario es glicol dipropilénico.

8º.- El procedimiento del punto 4º, caracterizado además porque dicho constituyente disolvente primario es glicol trietilénico.

30  
9º.- El procedimiento del punto 4º, caracterizado-



además porque dicho constituyente disolvente primario es glicol propilénico.

5           102.- El procedimiento de cualquiera de los puntos 32, 42, 52, 62, 72, 82 o 92, en el cual dicha fase de re-  
finado se retira de la parte superior de dicha zona de -  
extracción por disolvente; dicha fase de extracto se re-  
tira de la parte inferior de dicha zona de extracción --  
por solvente y se hace pasar a una zona de separación de  
10           disolvente, en la cual dicha fase de extracto se calien-  
ta y se pone en contacto con un medio separador para va-  
porizar hidrocarburo aromático disuelto y componente di-  
solvente secundario, formando de este modo una corriente  
de disolvente pobre; dichos vapores así formados se reti-  
ran de dicha columna de separación y se condensan con --  
15           formación de una fase de hidrocarburo que contiene aromá-  
ticos y una fase de disolvente secundario; y dicha co---  
rriente de disolvente pobre se devuelve a dicha zona de-  
extracción por disolvente.

20           112.- El procedimiento del punto 102, caracteriza-  
do además porque dicha fase de refinado separada se pone  
en contacto con al menos una parte de dicho disolvente -  
secundario condensado para lavar constituyente disolven-  
te primario de dicha fase de refinado, dicho líquido de-  
lavado de disolvente secundario que contiene disolvente-  
25           primario disuelto es hecho pasar en relación indirecta -  
de permutación térmica con dicha corriente disolvente po-  
bre, de manera que se vaporice dicho disolvente secunda-  
rio; y los vapores así resultantes se introducen en di---  
cha zona de separación de disolvente como medio separa---  
30           dor.



12º.- El procedimiento del punto 10º, caracterizado además porque una parte de dicha fase hidrocarbonada se devuelve a dicha zona de extracción como reflujo para ella.

5                   13º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado además porque dicha mezcla de hidrocarburos que comprende hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos no aromáticos, es: una fracción de destilado resultante del cracking catalítico de una nafta de petróleo, un destilado de petróleo natural, tal como una gasolina natural, un destilado de petróleo de obtención directa, tal como una gasolina de obtención directa, un queroseno, o una nafta recuperada de la destilación de petróleo crudo, o una fracción de destilado recuperada de la reformación catalítica de uno o más de dichos destilados de petróleo.

10

15

14º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos anteriores, caracterizado además porque dicho hidrocarburo aromático es benceno.

20                   15º.- El procedimiento de cualquiera de los puntos anteriores caracterizado además porque dicho hidrocarburo aromático comprende una mezcla de benceno, tolueno y xilenos que, cuando se recupera de dicha fase de extracto, se fracciona para recuperar hidrocarburos individuales.

25

16º.- Un procedimiento para separar un hidrocarburo aromático desde una mezcla de hidrocarburos.

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

30

26 02 12



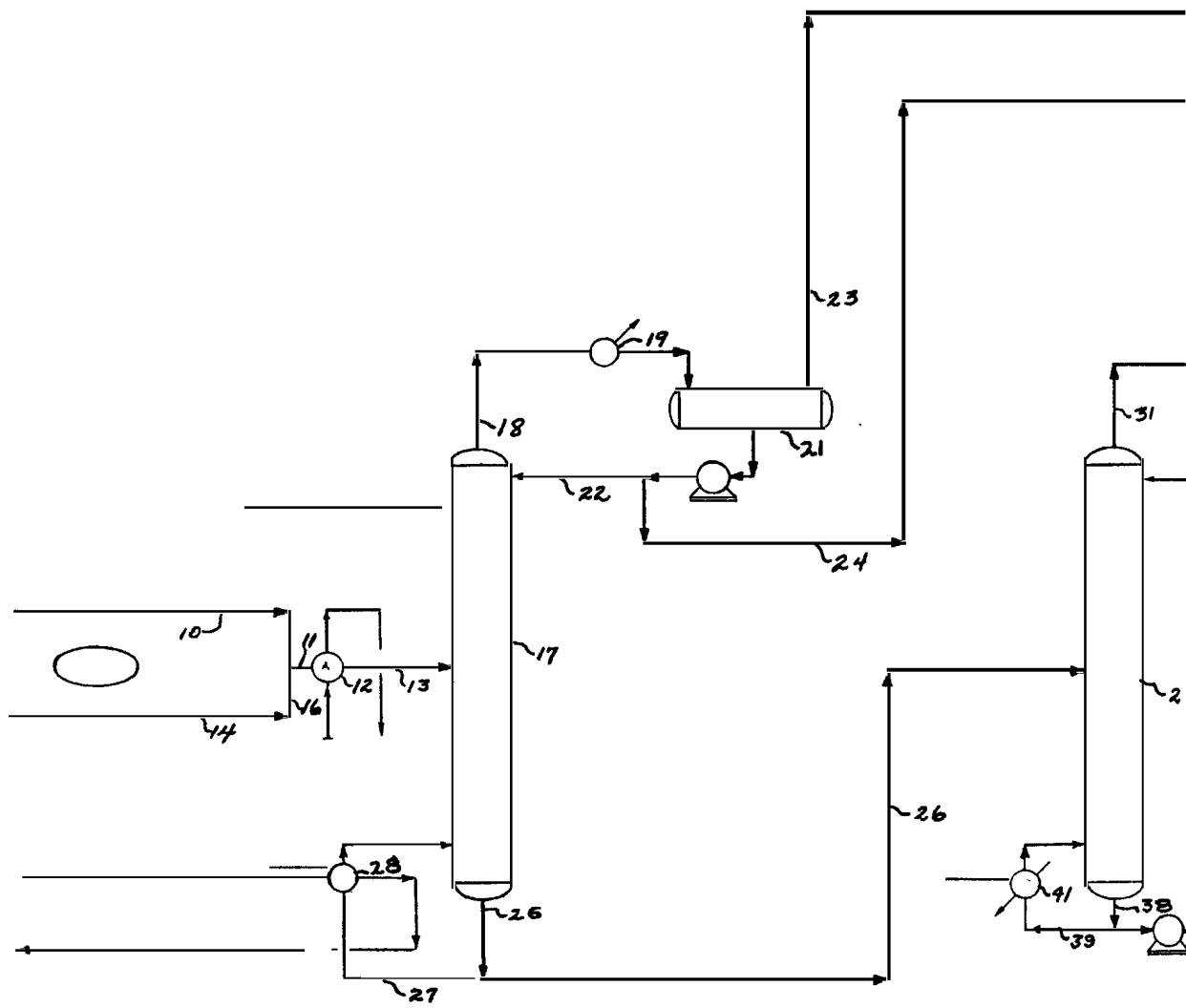
Esta Memoria consta de cuarenta y cinco hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

2 SEP. 1912

*[Handwritten signature]*  
ALBERTO ALVAREZ

G.D.S.



FIGURE



260212

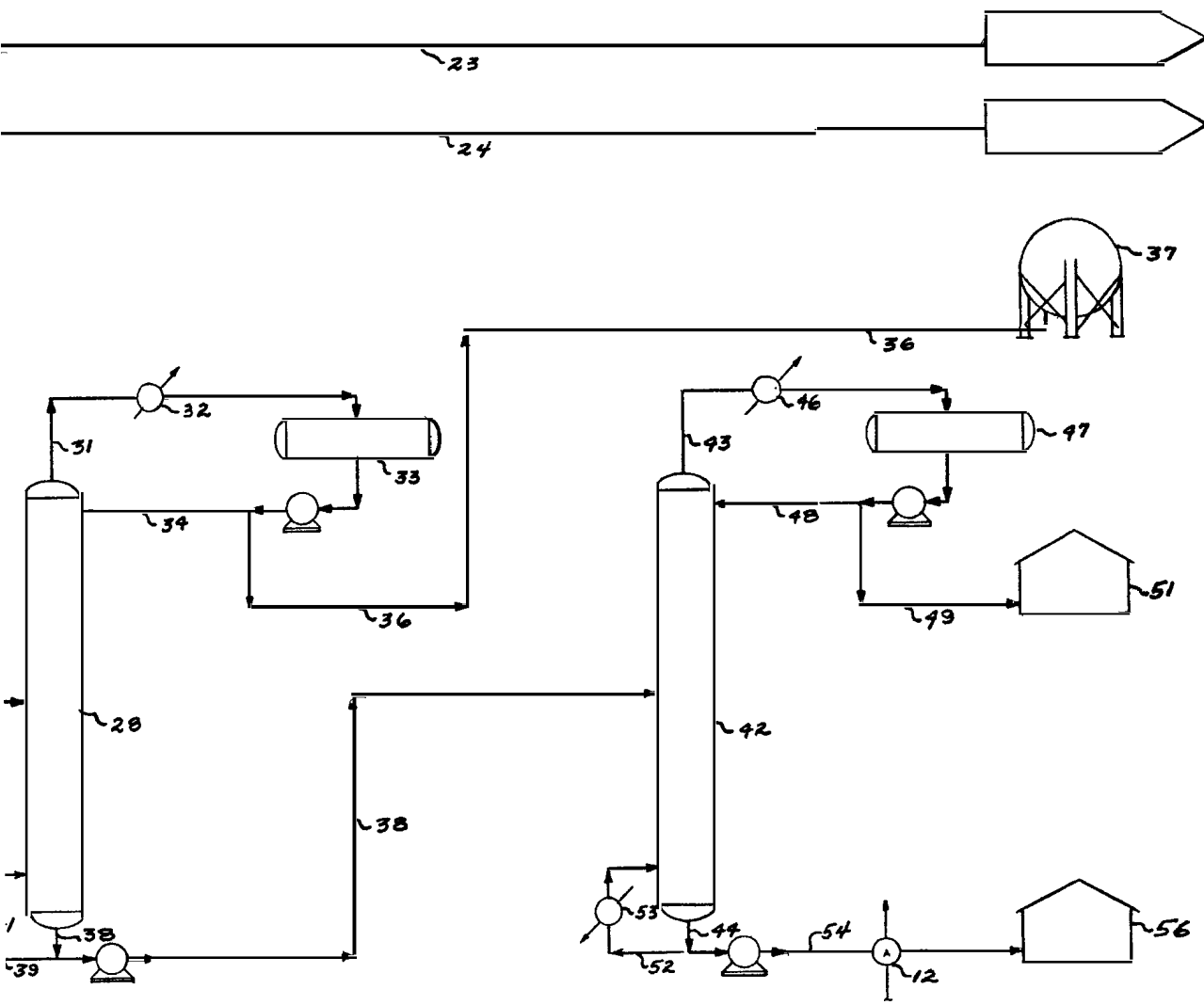
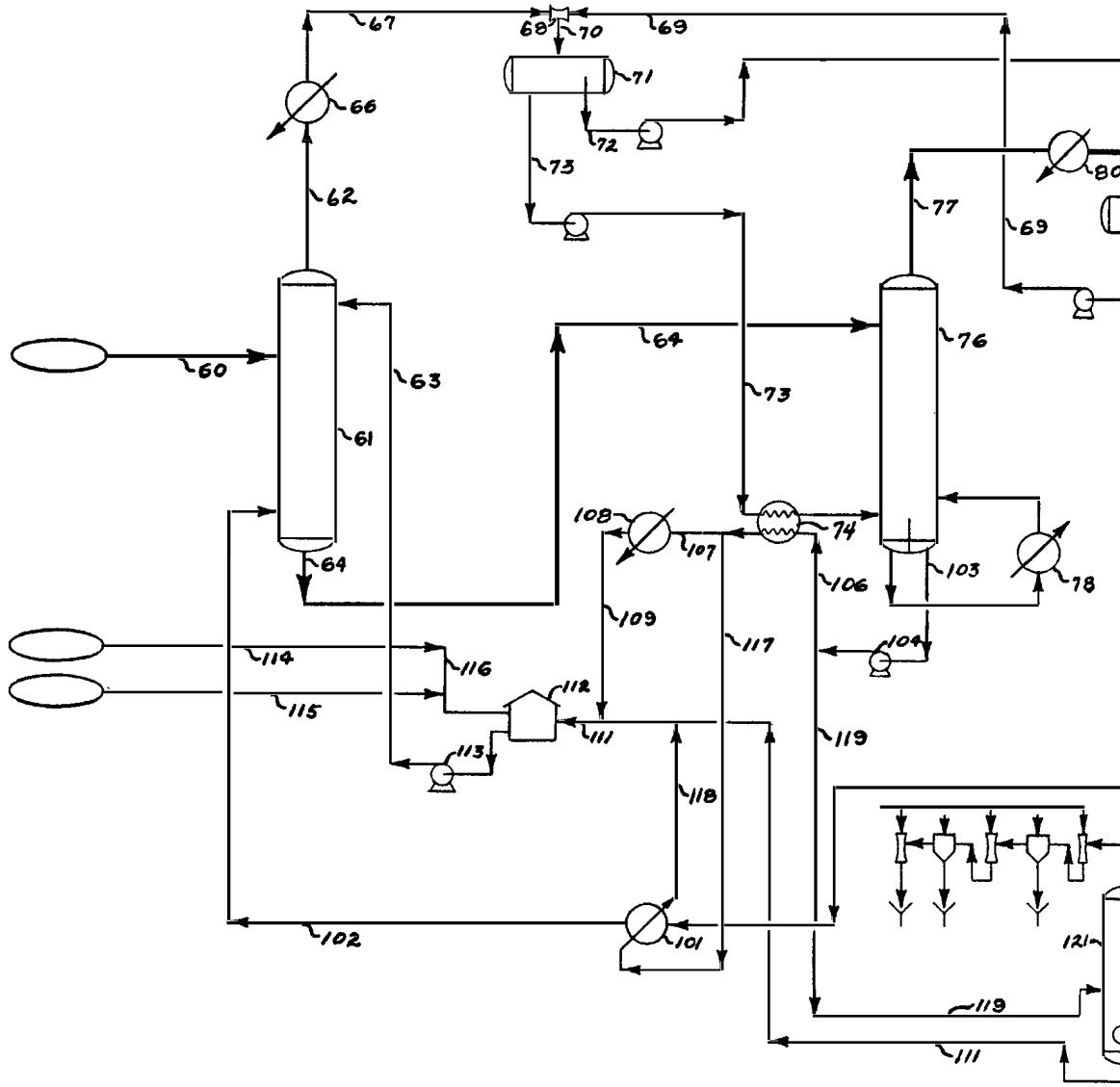
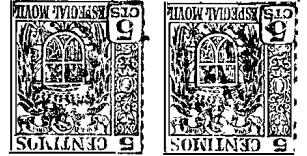


FIGURA 1

*[Handwritten signature]*



FIGURE



20 02 12

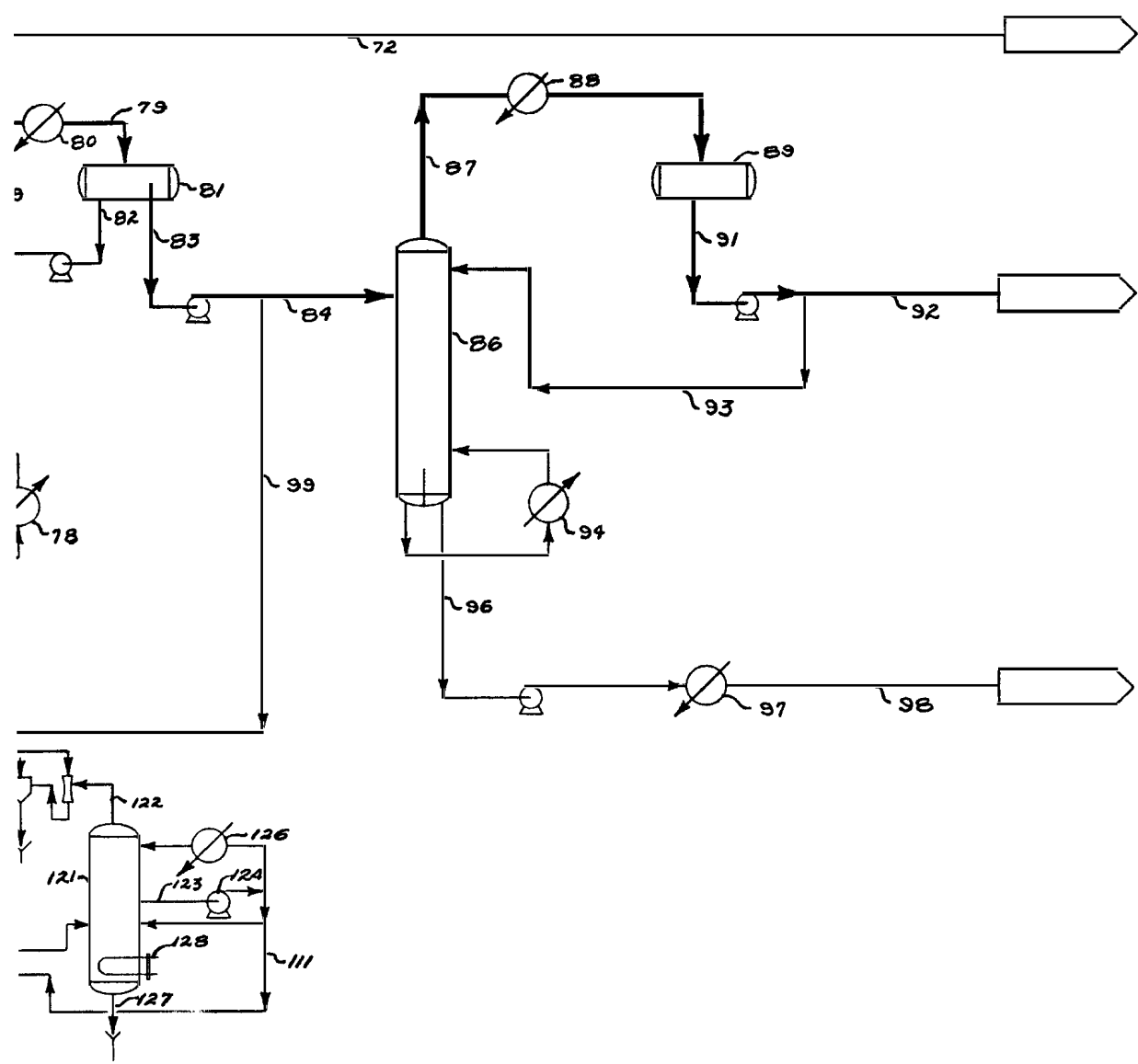


FIGURA 2