

P. 22.906

A 64.178
Case 1539 -JRH (AMS)

278048



13 OCT. 1962

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud
de

PATENTE DE INTRODUCCION

formulada el 7 de Junio de 1962, con el Núm. 278.048

en

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 LA FABRICACION DE BUTADIENO A PARTIR DE BUTANO NORMAL"

Este invento se refiere a métodos para la separación y extracción de hidrocarburos C_4 individuales a partir de mezclas hidrocarbonadas complejas que comprenden a la vez hidrocarburos normalmente gaseosos y normalmente líquidos, con enlaces saturados e insaturados, en un procedimiento de fabricación de butadieno. Más específicamente, este invento se refiere a la separación y ex-

5

278048



13 000

tracción, en concentración y pureza adecuadas, de ciertos hidrocarburos C_4 individuales en un procedimiento para la fabricación de butadieno de alta pureza por una deshidrogenación catalítica en dos fases de butano normal, comprendiendo la primera fase la deshidrogenación catalítica de n-butano a butenos, consistiendo la porción C_4 del producto del deshidrogenador principalmente en buteno-1, butenos-2 (de alto y de bajo de ebullición), y n-butano, y comprendiendo la segunda fase la deshidrogenación catalítica de dichos buteno-1 y butenos-2 a butadieno, estando constituida la porción C_4 del producto del deshidrogenador principalmente de butadieno-1,3, buteno-1, isobutileno, n-butano y butenos-2 (de alto y de bajo punto de ebullición). Este invento se refiere además a un procedimiento en el cual el buteno-1, el n-butano y los butenos-2 contenidos en el producto resultante del deshidrogenador de primera fase se extraen separadamente retirando buteno-1 del n-butano y butenos-2 en un fraccionador corriente y sometiendo luego la mezcla de n-butano-butenos-2 a una absorción selectiva con disolvente en un aparato donde se extraen como productos separados dicho n-butano y dichos butenos-2. El buteno-1 procedente del fraccionador y los butenos-2 procedentes de unidad de disolvente se recombinan luego y se cargan en el deshidrogenador de segunda fase. Además, este invento se refiere a un procedimiento en el cual el fraccionador empleado para separar el buteno-1 del butano normal y de los butenos-2 contenidos en el producto procedente del deshidrogenador de primera fase sirve también para separar el buteno-1



del n-butano y los butenos-2 contenidos en el producto
procedente del deshidrogenador de segunda fase. Por otra
parte, este invento se refiere a un procedimiento en el
cual el isobutileno contenido en el producto procedente
5 del deshidrogenador de segunda fase (o también del des-
hidrogenador de primera fase, si hay presente isobutano
en el material de carga n-butano) se separa y se extrae
de los otros hidrocarburos C_4 por medio de una unidad -
de polimerización catalítica selectiva donde el isobu-
10 tileno se polimeriza a di-isobutileno, material base va-
lioso para carburante de aviación.

El objeto principal del invento es proporci-
onar un procedimiento muy mejorado para la obtención de
butadieno a partir de butano normal. El objeto del in-
15 vento, en el caso de la deshidrogenación de primera fa-
se, es separar buteno-1 y butenos-2 del n-butano no con-
vertido en concentración y pureza adecuadas para mate-
rial de carga al deshidrogenador de segunda fase, y al
mismo tiempo extraer el n-butano no convertido con con-
20 centración y pureza adecuadas para tratamiento posterior
como material devuelto al deshidrogenador de primera fa-
se.

En el caso del deshidrogenador de segunda fase
el objeto del invento es separar y extraer el butadie-
25 no de los butenos no convertidos en concentración y pu-
reza adecuadas para uso en tratamientos de caucho sinté-
tico y extraer el buteno-1 y butenos-2 en concentración
y pureza adecuadas para material de devolución al deshi-
drogenador de segunda fase. Otro objeto del invento es
30 realizar las operaciones arriba descritas del modo más



eficiente y económico. De la descripción que sigue se desprenderán otros muchos objetos más.

Una ventaja del invento, que se pondrá de -
marifiesto por la descripción que sigue, es la extrac-
5 ción del buteno-1, n-butano y butenos-2 en el producto
del deshidrogenador de primera fase como hidrocarburos
individuales y separados. Otra ventaja del invento es que
las operaciones de extracción y separación en el proce-
dimento se disponen de tal manera que un único frac-
10 cionador sirve para separar buteno-1 y n-butano de los
otros hidrocarburos C_4 presentes en los productos de -
reacción de ambas fases de deshidrogenación. Otra ven-
taja más del invento es el uso de una unidad de polime-
rización catalítica para polimerizar selectivamente y
15 eliminar isobutileno de los otros hidrocarburos en C_4
olefínicos y parafínicos presentes en el sistema. El-
uso de un catalizador de polimerización selectiva para
polimerizar isobutileno a di-isobutileno (que se sepa-
ra fácilmente de los hidrocarburos C_4 por destilación)
20 no solamente proporciona un medio sencillo para sepa-
rar isobutileno sino que además convierte esta sustan-
cia en un ingrediente valioso de carburante de avia-
ción.

Para fines de referencia, se dan en la tabla
25 siguiente los puntos de ebullición de los hidrocarbu-
ros C_3 y C_4 que pueden estar presentes en los produc-
tos procedentes de los deshidrogenadores:

278048



130

	Hidrocarburo	Punto de ebullición normal
		° C
5	Propileno	-47.6
	Propano	-42.1
	Metilacetileno	-23.1
	Isobutano	-11.8
	Isobutileno	-7.1
10	Buteno-1	-6.3
	Butadieno-1,3	-4.5
	N-butano	-0.5
	Buteno-2(trans)	+0.9
	Buteno-2(cis)	3.6
15	Vinilacetileno	5.1
	Etilacetileno	8.8
	Butadieno-1,3, (biacetileno)	9.8
	Butadieno-1,2	10.3
	Dimetilacetileno	27.2

20

Además de los hidrocarburos que figuran en la tabla anterior y de hidrógeno, otros hidrocarburos que se encuentran presentes en mayor o menor cantidad en los productos del deshidrogenador son metano, etileno, etano y una fracción pesada de 5 y más átomos de carbono.

25

Los dibujos que se adjuntan ilustran de modo esquemático el invento y muestran la distribución de -- los principales hidrocarburos.

30

En los dibujos, entra butano normal, prácticamente puro, procedente de una fuente exterior, no repre



sentada, en el sistema a través de la tubería 1, se combina con butano de reserva devuelto en la línea 2, y entra en el calentador A por la tubería 3. En el calentador A, el n-butano se aumenta de temperatura hasta la temperatura de reacción y luego se pasa al deshidrogenador B a través de la tubería 4. En el deshidrogenador B, una porción de la alimentación de n-butano, aproximadamente equivalente a la cantidad que entra por la tubería 1, se deshidrogena catalíticamente y los productos de reacción se pasan a un sistema de compresión C a través de la tubería 5. Los productos de reacción están constituidos principalmente por hidrógeno, buteno-1, butenos-2 (de alto y bajo punto de ebullición) y butano normal. También se forman en la reacción pequeñas cantidades de gases ligeros distintos de hidrógeno (a saber, metano, etileno, etano, propileno y propano). Igualmente aparecen en la corriente de efluente del deshidrogenador pequeñas cantidades de isobutano, isobutileno y butadieno. La cantidad de hidrocarburos que contienen 5 o más átomos de carbono es extremadamente pequeña.

Después de enfriar los gases efluentes del deshidrogenador hasta la temperatura atmosférica, aproximadamente, los gases se comprimen a una presión adecuada en el sistema de compresión C. Se efectúa un lavado y enfriamiento adecuados de los gases entre las fases de compresión, según se necesite, y la mayor parte de los hidrocarburos pesados se condensa en la parte baja de presión del equipo y se retira por la tubería 6. Después de la última fase de compresión, se condensa -



una gran parte del butano y los butilenos por enfria-
miento y se recoge en un separador acumulador (no re-
presentado); este líquido se retira por la tubería 7
y entra en la tubería de alimentación 11, al fracciona-
dor E.

Los vapores y los gases no condensados proce-
dentes de la fase final de compresión se pasan por la -
tubería 8 a una cantidad de recuperación de vapor de --
aceite de cierre mineral corriente D, donde se extraen
de los gases los hidrocarburos C_4 . Los gases, constitui-
dos por propano e hidrocarburos más ligeros, se retiran
por la tubería 9 mientras que los hidrocarburos C_4 se -
retiran por la tubería 10 y se combinan con los hidro-
carburos C_4 en la tubería 7 para formar la alimentación
total al fraccionador E que entra en el fraccionador a
través de la tubería 11.

El líquido combinado en la tubería 11 contie-
ne una cantidad mayor o menor de gases disueltos, según
sea la composición de la corriente efluente del deshi-
drogenador y las condiciones operatorias impuestas sobre
los sistemas de compresión y recuperación de vapor. Sin
embargo, para los expertos en esta técnica, es un pro-
blema relativamente sencillo el diseñar las operaciones
del procedimiento en el sistema de compresión y recupe-
ración de vapor de tal manera que la cantidad de propa-
no e hidrocarburos más ligeros contenida en el líquido
combinado es suficientemente pequeña para no interferir
en las operaciones de separación subsiguientes o en la-
deshidrogenación de segunda fase.

El líquido combinado en la tubería 11 está cons

278048

10



tituido principalmente por una mezcla de buteno-1, n-butano y butenos-2 (de bajo y alto punto de ebullición). Los tres butenos están presentes en proporciones aproximadamente iguales. La volatilidad de estos cuatro hidrocarburos está en el mismo orden que su disposición señalada arriba y la separación por destilación fraccionada en productos de buteno-1, n-butano y butenos-2 exigiría dos fases; en primer lugar, para retirar buteno-1 como producto de cabecera; en segundo lugar retirar n-butano como producto de cabecera.

Hemos encontrado experimentalmente, así como por el conocimiento de las volatilidades relativas de los hidrocarburos en cuestión, que la separación por destilación fraccionada entre buteno-1 y n-butano, aunque difícil, es práctica. Sin embargo, la separación entre n-butano y butenos-2, particularmente el buteno-2 de bajo punto de ebullición, por destilación fraccionada, es prácticamente imposible. Al mismo tiempo, hemos encontrado que la separación entre n-butano y butenos-2 por absorción selectiva con disolvente es relativamente sencilla, mientras que la separación selectiva con disolvente entre n-butano y buteno-1 es relativamente difícil.

Por consiguiente, en el invento, el buteno-1 se separa del n-butano y los butenos-2 por destilación fraccionada y el n-butano se separa luego de los butenos-2 por absorción selectiva con disolvente.

La separación entre buteno-1 y n-butano se efectúa en un fraccionador corriente E. La separación conseguida es muy neta, dejando sólo una pequeña canti-

278048

15



5 dal de buteno-1 en el producto de colas retirado de la
sección del rehervidor del fraccionador a través de la
tubería 12 y una pequeña cantidad de n-butano en el pro
ducto de cabecera de buteno-1 retirado del fraccionador
10 por la tubería 13. Todo el material C_3 y más ligero pa
sa como cabecera; igualmente, la pequeña cantidad de -
isobutano presente en la alimentación pasará como cabe
cera. La mayor parte del isobutileno y el butadieno, -
que están presentes en pequeñas cantidades en la alimen
10 tación, pasarán como cabecera.

Si se desea, el fraccionador E puede trabajar
de manera que el material C_3 y más ligero contenido en
el producto de cabecera que sale por la tubería 13, se
condense sólo parcialmente en el refrigerante de reflu
15 jo de cabecera (no se representan los correspondientes
medios); los vapores no condensados pueden luego sepa
rarse en el acumulador de reflujo (no representado) y
volverlos al sistema de recuperación de vapor D aprove
char el buteno-1 retenido en los gases incondensados.
20 Sin embargo, la pequeña cantidad de C_3 y material más -
ligero presente en el producto de cabecera buteno-1 en
la tubería 13, incluso si no ha sido parcialmente sepa
rado, no interferirá en la fase de deshidrogenación se
curdaria.

25 La separación entre n-butano y butenos-2 se
realiza por contacto líquido-vapor del hidrocarburo y
un disolvente selectivo en el absorbedor F. Este es una
torre de dos secciones, de las cuales la sección supe
20 ricr actúa como un absorbedor para butenos-2 usando un
30 disolvente relativamente no volátil introducido por la

278048



parte superior de la torre F a través de la tubería -
15. Para fines de la descripción del invento, se ha -
elegido furfural como un ejemplo de entre el grupo de
los diversos disolventes disponibles.

5 En la solicitud U.S. número de serie 454.312
depositada el 10 de agosto, 1942, se describen otros -
varios disolventes que satisfacen las exigencias prác-
ticas para las separaciones C_4 por extracción selecti-
va con disolvente. La sección del fondo de la torre F
10 actúa como un arrastrador para eliminar n-butano que -
es absorbido en una cierta proporción en la parte supe-
rior de la torre. La re-ebullición del disolvente en el
fondo de la torre F da los vapores necesarios para rea-
lizar este arrastre mientras el retorno de parte del -
15 producto de cabecera 2 como reflujo (no se representan
los medios correspondientes a la parte superior de la
torre F sirve para eliminar el calor añadido por el re-
hervidor. Por la parte superior de la torre se retira-
butano normal de la pureza deseada, a través de la tube-
20 ría 2 y se devuelve al calentador A, mientras el disol-
vente furfural conteniendo los butenos-2 se retira del
fondo de la torre a través de la tubería 14.

El disolvente rico que sale por el fondo del
absorbedor F pasa a una torre de arrastre con disolvente
25 G, donde se separan los butenos-2 como producto de ca-
becera a través de la tubería 16 mientras que el disol-
vente pobre o agotado se devuelve, después de intercam-
bio térmico y enfriamiento adecuados, a la parte supe-
rior del absorbedor F a través de la tubería 15. Para -
30 evitar temperaturas excesivas en el hervidor de la to

278048

15



5 rre de arrastre, se introduce agua en este rehervidor, donde se vaporiza y da el vapor de arrastre necesario. El agua que pasa como cabecera con el producto de butenos-2 se condensa y se retorna al rehervidor (no se - representan los correspondientes medios) y se mantiene así en un ciclo cerrado corto.

10 Los productos de cabecera de buteno-1 y butenos-2 procedentes del fraccionador E y arrastrador G y que fluyen en las tuberías 13 y 16, respectivamente, se reunen en la tubería 17 y se cargan en la fase de deshidrogenación de segunda fase por medio de la tubería 19.

15 El procedimiento de deshidrogenación de segunda fase es muy parecido al de la primera fase. Los butenos formados y separados en la primera fase se reunen con butenos de devolución en la tubería 18 y se cargan en el calentador H a través de la tubería 19. En el calentador H los butenos aumentan de temperatura hasta - la de reacción y luego pasan al deshidrogenador I por la 20 tubería 20.

25 En el deshidrogenador I se deshidrogena catalíticamente una cantidad de butenos aproximadamente -- igual a la cantidad de butenos formada en el deshidrogenador B, y los productos de reacción pasan a un sistema de compresión. J, por la tubería 21. La porción C₄ de los productos de reacción está constituida principal- mente por isobutileno, buteno-1, butadieno-1,3, n-butano y butenos-2 (de alto y bajo punto de ebullición). Los tres butenos están presentes en proporciones apro- 30 ximadamente iguales. El hidrógeno constituye la mayor

278048



parte de los gases ligeros, estando formado el resto
por metano, etileno, etano, propileno y propano. Tam-
bién pueden aparecer en los productos de reacción algo
de isobutano, así como metilacetileno y acetilenos C_4 .
5 Se forman cantidades de hidrocarburos más pesados que
en la deshidrogenación de primera fase debiendo reti-
rarse antes de llegar a la unidad de extracción con di-
solvente, según se explicará más adelante.

La disposición del equipo y las condiciones
10 usadas en la fase de compresión y en la unidad de recu-
peración de vapor que sigue al deshidrogenador de se-
gunda fase son análogas a las descritas al tratar de -
la primera parte del procedimiento o del tratamiento -
del efluente de primera fase descrito arriba. Como con-
15 secuencia de su baja volatilidad, parte de los hidrocar-
buros pesados se condensa en la parte de baja presión
del sistema de compresión J, y se retiran por la tube-
ría 22, mientras que parte de los C_4 y más densos se re-
tiran de una fase final de compresión a través de la -
20 tubería 23.

Los gases y vapores incondensados procedentes
de la fase final de compresión se pasan por la tubería
24 a un sistema de recuperación de vapor K donde la ma-
yor parte de los componentes C_3 y más ligeros formados
25 en la reacción se separan por la tubería 25. Este sis-
tema de recuperación de vapor puede ser sustancialmente
igual que la unidad D arriba descrita, usando aceite de
cierre mineral. Los hidrocarburos C_4 separados en la -
unidad K salen por la tubería 26 y se unen con el mate-
30 rial que fluye por la tubería 23 en la tubería 27. La

278048



- mezcla de C_4 y más densos, aproximadamente estabilizada, resultante de las operaciones realizadas en el sistema de compresión y en la unidad de recuperación de vapor se cargan en el fraccionador.L, a través de la
- 5 tubería 27. Los hidrocarburos importantes que intervieran en la separación de butadieno de los otros hidrocarburos, después de que han sido eliminados la mayoría de los gases ligeros, se indican a través y a continuación en orden de volatilidad decreciente:
- 10
- Productos de C_3
 - Metilacetileno.
 - Isotutano
 - Isokutileno
- 15
- Buteno-1
 - Butadieno-1,3.
 - N-Butano
 - Buteno-2 (Bajo punto de ebullición)
 - Buteno-2 (alto punto de ebullición)
- 20
- Acetilenos C_4
 - Productos de C_5 y más densos.

La separación de los hidrocarburos de C_4 de los hidrocarburos más ligeros y de los hidrocarburos

25 más pesados, y la separación de los hidrocarburos C_4 mismos (para obtener butadieno de alta pureza) de una mezcla constituida por los hidrocarburos arriba descritos, se discute en la solicitud U.S. número de serie

454.312, depositada el 10 de agosto, 1942. Específicamente,

30 mente, esta solicitud describe las separaciones efectua

278048



5 das en los fraccionadores L y M, absorbedor N, arras-
trador O y fraccionador P. Sin embargo, para describir
las nuevas características de este invento, se repite-
aquí una breve descripción de las separaciones efectua-
das en las vasijas L, M, N, O y P.

10 Como no se ha hecho una separación rigurosa
entre los C_3 y los C_4 en ninguna operación previa, los
 C_3 (junto con una pequeña cantidad de productos C_2 y
metano) están presentes en concentración apreciable -
en la mezcla de productos C_4 y más densos estabilizada
cargada en el fraccionador L a través de la tubería 27.
Aunque estos productos C_3 podrían devolverse al deshi-
drogenador I sin efecto perjudicial sobre la reacción,
15 constituirían un volumen de devolución apreciable antes
de que la fase de recuperación de vapor los mantuviera
constantes.

20 Por lo tanto, para evitar la acumulación de -
un gran volumen de devolución de productos C_3 y también
para eliminar cualquier cantidad de metilacetileno que
pueda haber presente (el metilacetileno posiblemente
presente aparecerá en el producto de butadieno acabado
procedente del fraccionador P si no se elimina en este
punto, como se explica en la solicitud número de serie
454.312) y los productos C_3 y más ligeros se separan-
25 de los C_4 y más densos en el fraccionador L. Los pro-
ductos C_3 y más ligeros, junto con la mayor parte de -
cualquier cantidad de metilacetileno que pueda haber -
presente en la alimentación, se retiran como producto
de cabecera del fraccionador L a través de la tubería
30 28.

278048

13



La mezcla de productos C4 y más densos retirada del rehervidor del fraccionador L a través de la tubería 29 se carga en el fraccionador M. En este fraccionador, se separan la mayoría del buteno-2 de alto punto de ebullición, así como parte del buteno-2 de bajo punto de ebullición y los acetilenos en C4, como producto de cola, a través de la tubería 31, mientras que la totalidad del butadieno y los hidrocarburos más volátiles se retiran como producto de cabecera por la tubería 30. El fraccionador M efectúa también la eliminación de todos los aceites ligeros o polímeros. Estos materiales, si no se separan se acumularán en la unidad de disolvente N y disminuirán la selectividad del furfural ensuciando además las superficies de calefacción. La eliminación de una parte de los butenos-2 en este momento reduce la alimentación a la fase de extracción con furfural siguiente y hace también que la operación sea más fácil, ya que los butenos-2 tienden a formar una acumulación de devolución interna dentro del absorbedor N que separa buteno-1 y butadieno.

El producto de cabecera 30 procedente del fraccionador M se carga en el absorbedor N donde se separa buteno-1 del butadieno mediante el uso de furfural como disolvente selectivo. La separación se realiza para eliminar isobutileno como cabecera con el buteno-1 mientras que retiene el butadieno como producto de rehervidor. Los butenos-2, que no se han separado totalmente en el fraccionador M, se dividen a su vez entre el producto de cabecera y de fondo. El n-butano, así como isobutano, si le hay, se retiran con el isobutileno y buteno-1 como



producto de cabecera por la tubería 32. Si hay presentes acetilenos en C_4 en la alimentación al absorbedor, estos compuestos se absorberán en el furfural y se retirarán con el butadieno y los butenos-2 en el disolvente rico que sale del fondo de la torre por la tubería 33.

El disolvente furfural rico que sale por el fondo del absorbedor N pasa a una torre de arrastre ,O, donde los hidrocarburos previamente absorbidos son privados de furfural por arrastre y pasan a un fraccionador P a través de la tubería 35. El furfural agotado se vuelve al absorbedor N a través de la tubería 34.

Por la cabecera del fraccionador P se retira butadieno prácticamente puro mientras que los butenos-2 y los acetilenos en C_4 , si los hay, se sacan como producto de fondo de la sección de rehervidor de P a través de la tubería 37. También se eliminan como producto de colas indicios de disolvente furfural o polímeros - que son arrastrados de la unidad disolvente o polímeros que se forman durante la separación.

Los productos de colas butenos-2 (que contienen aceites ligeros formados en la fase de deshidrogenación y polímeros formados en las fases de separación) procedentes del fraccionador M y el fraccionador P se juntan en la tubería 38 y pasan al fraccionador Q donde se separan los butenos-2 como cabecera, de los aceites - y polímeros que quedan como colas. Es conveniente retirar estos hidrocarburos pesados, antes de devolver los butenos-2, para evitar la formación de coque de los tubos en el calentador H y el ensuciamiento del cataliza

278048



4
5
10
dor en el deshidrogenador I. Del fraccionador Q se re-
tiran aceites ligeros y polímeros a través de la tube-
ría 39, mientras que el producto de cabecera de butenos-
2 se saca por la tubería 18 después de lo cual se combi-
na con los butenos en la corriente 17 para formar una
alimentación butileno de calidad satisfactoria para la
unidad de deshidrogenación secundaria. Si hay presentes
acetilenos en C_4 en la alimentación que va al fracciona-
dor Q, estos compuestos pasarán como cabeceras y final-
mente se destruirán en el deshidrogenador I.

15
20
Volviendo a hacer referencia al producto de -
cabecera procedente del absorbedor N que sale por la tu-
bería 32, esta corriente contiene principalmente isobu-
tileno, buteno-1, n-butano y algunos butenos-2. Parte -
del isobutileno contenido en esta corriente se formó --
originalmente en el deshidrogenador de primera fase y -
no se destruyó totalmente al pasar por el deshidrogena-
dor de segunda fase; el resto del isobutieno se formó -
por la isomerización de los n-butenos en la fase de des-
hidrogenación de segunda fase.

25
30
Como el isobutileno no se destruye fácilmente
en la fase de deshidrogenación, aumentará hasta una con-
centración considerable antes de alcanzar un equilibrio.
Para evitar que llegue a formarse una concentración in-
conveniente, el producto de cabecera procedente del ab-
sorbedor N se bombea a través de la tubería 40 a un ca-
talizador de polimerización selectiva, R, donde se po-
limeriza un porcentaje sustancial, por ejemplo de la -
mitad, del isobutileno. El isobutileno remanente vuel-
ve con una cantidad igual de nuevo isobutileno formado

278048



a las reacciones de deshidrogenación. El efluente 42
procedente de la fase de polimerización se desbutaniza
en una torre de fraccionamiento corriente, S. El pro-
ducto de colas retirado por la tubería 43, es princi-
5 palmente di-isobutileno. El producto de cabecera, reti-
rado por la tubería 44 y que pasa a un fraccionador, E,
es n-butano, buteno-1, butenos-2 más el isobutileno --
restante. El isobutano, si le hay en el producto de ca-
becera del absorbedor N, pasa por el catalizador de po-
10 limerización, sale como cabecera en el fraccionador S,
como cabecera en el fraccionador E y finalmente se des-
truye en el deshidrogenador de segunda fase.

Alrededor de la unidad de polimerización se-
lectiva se proporciona una tubería de desviación 41, de
15 manera que, si se considera conveniente, sólomente hay
que cargar parte del producto de cabecera del absorbe-
dor N en la unidad de polimerización. La cantidad de--
corriente 32 cargada en la unidad de polimerización a --
través de la tubería 40 y la cantidad de corriente 32
20 que deriva la unidad de polimerización a través de la
tubería 41 se controla por consideraciones económicas
y por la concentración de isobutileno que puede tolerar
se en la alimentación que va a la fase de deshidrogena-
ción de segunda fase sin afectar adversamente a la re-
25 acción. (Cuanto mayor es la cantidad de isobutileno --
que se desvía de la unidad de polimerización, mayor se
rá la concentración de isobutileno devuelto. Igualmen-
te, cuanto mayor es la cantidad de isobutileno que se
desvía de la unidad de polimerización menor es el coste
30 de funcionamiento de la unidad de polimerización a ex-

278048



1
pensas de costes incrementados en el equipo de trata-
miento del producto de devolución de isobutileno.).

5 Un método preferido de eliminación de isobu-
tileno de parte o de la totalidad de la corriente 32 -
es por polimerización selectiva de acuerdo con métodos
conocidos en esta técnica y que no constituyen por sí
mismos parte del presente invento. Se prefiere emplear
un método conocido de polimerización catalítica selec-
10 tiva con catalizador sílice-alúmina. Sin embargo, en -
lugar de ésto, se prefiere usar otros métodos de elimi-
nación selectiva y/o polimerización del isobutileno. -
Por ejemplo, se puede lavar la corriente que contiene-
isobutileno con ácido sulfúrico diluido de tal concen-
15 tración que permita que permanezca inalterado el conte-
nido de buteno normal. O también, se puede poner en con-
tacto la corriente con cloruro de hidrógeno anhidro para
efectuar la eliminación selectiva del isobutileno sin -
afectar a los butenos normales. O bien, se puede emplear
sales de mercurio, (especialmente sales mercúricas) -
20 que reaccionan selectivamente con isobutileno de prefe-
rencia a con los otros butenos. Puede emplearse cualquier
otro modo de eliminación selectiva del contenido de iso-
butileno sin apartarse del espíritu del presente inven-
to.

25 Bajo las condiciones operatorias del deshidro-
genador de segunda fase, se forma una pequeña cantidad
de n-butano por deshidrogenación de los butenos. Igual-
mente, entra n-butano en la alimentación procedente de
la primera parte del procedimiento, debido a la purifi-
30 cación incompleta de los butenos. Si este n-butano se

278048

154



devuelve a la fase de deshidrogenación de segunda fase se acumula hasta una concentración considerable que -- aumenta las cargas de compresión y purificación, aun-- que finalmente se convertirá en butadieno y otros pro-
5 ductos. Por consiguiente, hay que controlar el butano devuelto. Esto se hace pasando la corriente de cabecera, 44, procedente del fraccionador S más la corriente de - desviación, 41, a través de la tubería 45, al fraccio- nador E que separa n-butano de buteno-1 en la corrien-
10 te de efluente de deshidrogenador de primera fase. Como esta corriente es principalmente buteno-1, puede cargar se cerca de la parte superior del fraccionador E sir-- viendo principalmente como reflujo adicional y sin au- mentar apreciablemente la carga del fraccionador. De -
15 este modo, el buteno-1 de devolución aparece en la co- rriente de buteno-1 procedente de la deshidrogenación - de primera fase, mientras que el butano normal de devo- lución, en exceso de la cantidad que se deja pasar como cabecera al fraccionador E, se retira en la corriente -
20 de cabecera del absorbedor F junto con n-butano no con- vertido, procedente de la deshidrogenación de primera - fase.

Los detalles de la deshidrogenación catalíti- ca de primera fase y segunda fase, incluyendo cataliza-
25 dores empleados, temperaturas, presiones, tempos de con- tacto, etc. no se dan aquí, puesto que son ya bien cono- cidos de los expertos de esta técnica (véase por ejem- plo: patente americana nº 2.209.215, de Wiezevich y co.) y porque no constituyen por sí mismos parte del presen-
30 te invento.

278048

13 00



EJEMPLOS

5 Como ejemplo del funcionamiento de mi inven-
 to, se cargó una mezcla C_4 , aproximadamente estabili-
 zaða, procedente del deshidrogenador de primera fase B
 en la entrada de alimentación inferior del fracciona-
 dor E a través de la tubería 11. Al mismo tiempo, se -
 cargó una mezcla C_4 , que contenía el producto de cabe-
 10 cera procedente del fraccionador S y el material de -
 la línea de desviación 41, en la entrada de alimenta-
 ción superior del fraccionador E a través de la tube-
 ría 45. Las composiciones de las corrientes 11 y 45 -
 fueron:

15

Componente	Moles por ciento	
	Corriente 11	Corriente 45
20 C_3 y más ligeros	2.23	2.65
Isobutano	Trazas	Trazas
Isobutileno	Trazas	3.81
Buteno-1	12.48	62.04
Butadieno	Trazas	0.51
25 N-butano	60.33	6.92
Buteno-2 (punto de ebullición bajo)	12.48	19.43
Buteno-2 (punto de ebullición alto)	12.48	4.64
	100.00	100.00

30

278048



El fraccionador E, una torre de 100 platos de
 bartoteo, trabajó a una relación de reflujo de 24,6: 1
 y una presión de 11,95 kg/cm² abs. La corriente 11 y la
 corriente 45 entraban en la torre por el plato 43 y el
 5 plato 92 (contados a partir del fondo), respectiva--
 mente. La temperatura de la parte superior de la torre
 era de 77,2 ° C. y la temperatura del rehervidor 87,7°
 C. Bajo las citadas condiciones operatorias, el produc-
 to de cabecera, corriente 13, se condensaba totalmente
 10 y tenía la composición siguiente:

	Componente	Corriente 13, moles por ciento
15	C ₃ y más ligeros	7.86
	Isobutano	Trazas
	Isobutileno	3.27
	Buteno-1	83.10
	Butadieno	0.37
20	N-butano	3.49
	Buteno-2 (punto de ebullición bajo)	1.71
	Buteno-2 (punto de ebullición alto)	0.20
		100.00
25		

La composición del producto de la caldera, co
 rriente 12, era:

30

278048

1300



Componente	Corriente 12, moles por ciento
5 Isobutileno	0.03
Buteno-1	1.02
Butadieno	0.03
N-butano	64.52
Buteno-2 (punto de ebullición bajo)	19.64
10 Buteno-2 (punto de ebullición alto)	14.76
	100.00

15 El producto de colas del fraccionador E se introdujo en un absorbedor de 100 platos de barboteo F, a través de la tubería 12, por el centro de la columna. Se introdujo furfural, que contenía un pequeño porcentaje de agua e hidrocarburo, en el absorbedor F

20 cerca de la parte superior del absorbedor, a través de la tubería 15. La relación de la cantidad de furfural introducida por la parte superior de la torre a la cantidad de alimentación hidrocarbonada a la torre fué -

25 de, aproximadamente, 35,57 litros de furfural por cada 3,785 litros de hidrocarburo. La relación de reflujo hidrocarbonado fué, aproximadamente, 0,9:1. La presión operatoria promedio de la torre fué 5,27 kg./cm² abs. la temperatura en la parte superior fué 43,3°C. y la temperatura en el fondo 140°C. El producto reti-

30 rado de la parte superior de la columna por la tubería

278048

13



2 y devuelto al calentador A, tenía la composición siguiente:

	Componente	Corriente 2, moles por ciento
5)	_____	_____
	Isobutileno	0.03
	Buteno-1	1.03
	Butadieno	.00
10	N-Futano	97.01
	Buteno-2 (de bajo punto de ebullición)	1.56
	Buteno-2 (de alto punto de ebullición)	0.37

		100.00
15		_____

La composición del producto retirado del fondo del absorbedor F por la tubería 14 era como sigue:

	Componente	Corriente 14, moles por ciento
20	_____	_____
	Isobutileno	Trazas
	Buteno-1	0.03
25	Butadieno	Trazas
	N-Futano	0.03
	Buteno-2 (de bajo punto de ebullición)	1.69
	Buteno-2 (de alto punto de ebullición)	1.32
	Furfural (con un pequeño porcentaje de agua)	96.93
30		_____
		100.00

278048

13



La corriente de furfural rica procedente del fondo del absorbedor F se introdujo en el arrastrador - G, un fraccionador de 20 platos, a través de la tubería 14. El arrastrador funcionó con una relación de reflujo de 6,7 : 1, presión promedia de 4,56 Kg./cm² abs. - temperatura en la parte superior de 52,2 ° C., y temperatura en el fondo de 150 ° C. Se retiró por el fondo del arrastrador, a través de la tubería 15, furfural pobre conteniendo un pequeño porcentaje de agua y, aproximadamente, 0,1% de hidrocarburo, y se devolvió al absorbedor F. El producto de cabecera del arrastrador retirado por la tubería 16 tenía la composición siguiente:

15	Componente	Corriente 16, moles por ciento
	Isobutileno	0.05
	Buteno-1	0.99
20	Butadieno	0.10
	N-Butano	0.89
	Buteno-2 (de bajo punto de ebullición)	55.05
	Buteno-2 (de alto punto de ebullición)	42.92
25		<hr/> 100.00 <hr/>

El producto de cabecera del fraccionador E, constituido principalmente por buteno-1, y el producto de cabecera del arrastrador G, constituido principalmente por butenos-2, se reunieron luego en la corriente 17

278048



y se cargaron en el calentador de deshidrogenación de segunda fase H y en la unidad de deshidrogenación de segunda fase I.

5 La parte anteriormente expuesta de un ejemplo del funcionamiento del invento ha descrito:

(1) El método y los medios por los cuales se recuperan separadamente buteno-1, n-butano y butenos-2 contenidos en el producto del deshidrogenador de primera fase, separando el buteno-1 y butenos-2 en un fraccionador corriente, y sometiendo luego la mezcla de n-butano-butenos-2 a una fase de absorción selectiva con disolvente en la que se separa n-butano de los butenos-2. El buteno-1 procedente de la fase de fraccionamiento y los butenos-2 procedentes de la fase de disolvente se
10 lectivo, se reúnen después y constituyen una alimentación de composición y pureza adecuadas para la operación de deshidrogenación de segunda fase, mientras que el butano normal procedente de la fase de disolvente es de pureza y concentración adecuadas para posterior tratamiento como material de devolución al deshidrogenador de primera fase.
15

(2) Que el fraccionador E sirve también para separar el buteno-1 y n-butano del deshidrogenador de segunda fase (y por tanto controla la concentración de n-butano de devolución al deshidrogenador de segunda fase) puesto que, en esencia, la totalidad del n-butano y buteno-1 contenidos en el efluente de deshidrogenador de segunda fase pasa como cabecera al absorbedor N a través de la tubería 32 y finalmente se introduce en el
20 fraccionador E por la tubería 45.
30

278648



El efluente del deshidrogenador I se trató en las unidades J y K de la manera conocida para recuperar la corriente conteniendo butadieno 27, y esta corriente se pasó al fraccionador L donde se obtuvieron como cabeceras los productos C₃ y más ligeros. El producto de colas, corriente 29, se fraccionó en la torre M para separar como colas la corriente 31 conteniendo los productos C₅ y más densos, y una porción sustancial de los butenos-2. El producto de cabecera, constituido por todo el resto de los productos en C₄, se extrae con furfural por medio del absorbedor N y el arrastrador O. Se retiró una corriente de la siguiente composición, como cabecera, del absorbedor N, a través de la tubería 32:

5)

10

15

20

25

30

Componente	Corriente 32, moles por ciento
Productos en C ₃	2.64
Isobutileno	4.34
Buteno-1	61.69
Butadieno	0.50
N-butano	6.89
Buteno-2 (de bajo punto de ebullición)	19.33
Buteno-2 (de alto punto de ebullición)	4.61
	100.00

278048



13 UN

Esta corriente se dividió en dos partes; una parte, que representaba aproximadamente 25 por ciento de la corriente 32, se cargó en la unidad de polimerización selectiva R a través de la tubería 40 mientras que el resto, que representaba aproximadamente 75 por ciento de la corriente 32, se desvió alrededor de la unidad de polimerización a través de la tubería 41.

La corriente 40 se bombeó a través de un calentador (no representado, pero parte de la unidad R) donde se elevó su temperatura hasta el nivel de la temperatura de reacción y luego se pasó sobre un catalizador de polimerización de tipo sólido, de sílice-alúmina, que convirtió aproximadamente una mitad del isobutileno en di-isobutileno. La cantidad real de isobutileno polimerizada fué aproximadamente equivalente a la cantidad formada en las reacciones de deshidrogenación según se ha explicado anteriormente. Los hidrocarburos parafínicos contenidos en la corriente 40 pasaron a través del catalizador inalterados. Los hidrocarburos olefínicos, distintos del isobutileno, pasaron también a través del catalizador sin experimentar polimerización apreciable, ya que las condiciones operatorias sobre el catalizador fueron tales que favorecían la polimerización selectiva de isobutileno. La corriente 40 se pasó sobre el catalizador a una velocidad espacial de, aproximadamente, 2 volúmenes líquidos de hidrocarburo por volumen de catalizador por hora. La temperatura fué de alrededor de 93,3° C. y la presión de 28,12 kg/cm² absoluta. La corriente efluente, 42, procedente de las cajas de catalizador de polimerización contenía



aproximadamente, 1.09 por ciento de polímero, que era principalmente di-isobutileno. La concentración de isobutileno en la corriente efluente fué de 2,19 por ciento.

5 Las condiciones operatorias sobre las cajas de polimerización catalítica pueden variar de acuerdo con la composición de la corriente 32 y la edad del catalizador. El efecto de las variables operatorias, tal como composición, temperatura, presión, velocidad de -
10 flujo, edad del catalizador, etc. sobre la velocidad de conversión de isobuti~~elno~~ y butenos normales en polímeros es bien conocido por los expertos en esta técnica - y se sobreentenderá que en el invento, las condiciones operatorias del catalizador de polimerización catalíti-
15 ca se ajustarán para dar el grado deseado de conversión de isobutileno en polímero, reduciendo al mínimo la polimerización de butenos normales. La polimerización de los butenos normales, como es lógico, es indeseable; - aunque estos compuestos se polimerizarán dando un polí
20 mero base de aviación de una manera muy parecida al isobutileno, cualquier pérdida de los butenos normales por polimerización reduce el rendimiento del producto primario, butadieno.

La corriente efluente de las cajas de catali-
25 zador de polimerización se cargó en un fraccionador de 15 platos S. Esta torre trabajó a 5,62 kg./cm² de presión absoluta, relación de reflujo 0,2:1, temperatura en la parte superior de la torre, 49,4° C., y temperatura del fondo 165° C. El producto polímero retirado-
30 de la caldera por la tubería 43 tenía una composición

278048

13



de 99 por ciento de polímero y 1 por ciento de productos en C₄. Después de hidrogenación, el índice de octano ASTM de este polímero era 95 o mayor. El producto de cabecera procedente de la torre, que se retiró por la tubería 44, contenía una cantidad despreciable de polímero; a excepción de una pequeña cantidad de isobutileno, su composición era prácticamente igual que la de la corriente 32.

Las corrientes 41 y 44 se combinan en la corriente 45 y se cargaron en el fraccionador E como se ha explicado anteriormente.

En la solicitud U.S. número de serie 454.312, se han presentado ejemplos referentes a la extracción de butadieno-1,3 a partir de una mezcla hidrocarbonada compleja tal como la contenida en la tubería 27. Este invento presente incorpora los procedimientos de separación descritos en la solicitud citada y, además, integra aquellas separaciones con las nuevas características y ventajas de la extracción y separación aquí descritas.

La expresión de "buteno normal", tal como se emplea aquí en las reivindicaciones que figuran al final, se refiere a butenos normales, a menos que el -2 conecto exija otra cosa. Análogamente, la denominación de "buteno-2" se refiere a los isómeros de bajo y de alto punto de ebullición de buteno-2, a menos que se especifique otra cosa.

278048



N O T A

Los puntos de invención propia, no nueva, pero no establecida, practicada ni divulgada en España, que se presentan para esta solicitud de Patente de Introducción por DIEZ años, son los siguientes:

- 5 1.- Un procedimiento para la fabricación de butadieno a partir de butano normal, que comprende deshidrogenador catalíticamente butano normal a buteno normal en una deshidrogenación de primera etapa, someter el contenido en hidrocarburo C_4 del efluente resultante a destilación fraccionada en un fraccionador para separar su contenido de buteno-1 como un producto de cabeza de un producto de colas que contiene el contenido de n-butano y buteno-2 del mismo, someter la mezcla resultante de n-butano y buteno-2 a destilación extractiva con un disolvente que disuelve buteno-2 con preferencia al n-butano para disolver selectivamente el contenido de buteno-2 del mismo mientras se deja pasar sin disolver el contenido de n-butano del mismo, y separar el buteno-2 disuelto desde el disolvente rico, reciclar las cabezas de dicha etapa de destilación extractiva compuestas principalmente por n-butano a dicha deshidrogenación de primera etapa, reunir el buteno-1 separado por dicha operación de destilación fraccionada con el-
- 10
- 15
- 20

278048



buteno-2 separado por dichas operaciones de destilación extractiva y separación, para obtener una alimentación de deshidrogenación de segunda etapa, deshidrogenar catalíticamente a butadieno en una deshidrogenación de segunda etapa dichos buteno-1 y buteno-2 reunidos, y recuperar butadieno del efluente de deshidrogenación de dicha segunda etapa.

2.- Un procedimiento para la fabricación de butadieno a partir de butano normal, que comprende deshidrogenar catalíticamente butano normal a buteno normal en una deshidrogenación de primera etapa, someter el contenido de hidrocarburo C_4 del efluente resultante a destilación fraccionada en un fraccionador para separar su contenido de buteno-1 como un producto de cabeza de un producto de colas que contiene el contenido de n-butano y buteno-2 del mismo, someter la mezola resultante de n-butano y buteno-2 a destilación extractiva con un disolvente que disuelve buteno-2 con preferencia a n-butano para disolver selectivamente el contenido de buteno-2 del mismo mientras se deja pasar sin disolver su contenido de n-butano, y separar el buteno-2 disuelto desde el disolvente rico, reciclar las cabezas de dicha operación de destilación extractiva, compuestas principalmente por n-butano, a dicha deshidrogenación de primera etapa, reunir el buteno-1 separado por dicha operación de destilación fraccionada con el buteno-2 separado por dichas operaciones de destilación extractiva y separación para obtener una alimentación de deshidrogenación de segunda etapa, deshidrogenar catalíticamente dicho buteno-1 y buteno-2 a butadieno en una deshidrogenación

278048



de segunda etapa, tratar el efluente de dicha deshidro-
genación de segunda etapa para recuperar de él una pri-
mera fracción que contiene su contenido de isobutileno,
buteno-1 y n-butano y una segunda fracción que contie-
5 ne su contenido en butadieno, tratar por lo menos una
parte de dicha primera fracción para eliminar selecti-
vamente su contenido de isobutileno, y someter dicha -
primera fracción, de este modo por lo menos parcialmen-
te liberada de isobutileno, a destilación fraccionada-
10 en dicho fraccionador juntamente con dicho contenido de
hidrocarburo C_4 del efluente procedente de la deshidro-
genación de primera etapa.

3.- Un procedimiento para la fabricación de
butadieno a partir de butano normal, que comprende des-
15 hidrogenar catalíticamente butano normal a buteno nor-
mal en una deshidrogenación de primera etapa, someter
el contenido de hidrocarburo C_4 del efluente resultante
a destilación fraccionada en un fraccionador, para se-
parar su contenido de buteno-1 como producto de cabeza
20 de un producto de colas que contiene su contenido de n-
butano y buteno-2, someter la mezcla resultante de n-bu-
tano y buteno-2 a destilación extractiva con un disol-
vente que disuelve buteno-2 con preferencia a n-butano
para disolver selectivamente su contenido de buteno-2
25 mientras se deja pasar sin disolver su contenido de n-
butano, y separar el buteno-2 disuelto desde el disol-
vente rico, reciclar las cabezas de dicha operación de
destilación extractiva, compuestas principalmente de -
n-butano, a dicha deshidrogenación de primera etapa, -
30 reunir el buteno-1 separado por dicha operación de des-

278048

13



tilación fraccionada con el buteno-2 separado por dichas operaciones de destilación extractiva y separación para obtener una carga de la deshidrogenación de segunda etapa, deshidrogenar catalíticamente a butadieno dichos buteno-1 y buteno-2 reunidos, en una deshidrogenación de segunda etapa, tratar el efluente de dicha deshidrogenación de segunda etapa para recuperar de él una primera fracción que contiene su contenido de buteno-1 y n-butano, y una segunda fracción que contiene su contenido de butadieno, y someter dicha primera fracción a destilación fraccionada en dicho fraccionador juntamente con dicho contenido de hidrocarburo C_4 del efluente procedente de la deshidrogenación de primera etapa.

4.- Un procedimiento para la fabricación de butadieno a partir de butano normal, que comprende deshidrogenar catalíticamente butano normal a buteno normal en una deshidrogenación de primera etapa, someter el contenido de hidrocarburo C_4 del efluente resultante a destilación fraccionada en un fraccionador, para separar su contenido de buteno-1 como un producto de cabeza de un producto de colas que contiene su contenido de n-butano y buteno-2, someter la mezcla resultante de n-butano y buteno-2 a destilación extractiva con un disolvente que disuelve buteno-2 con preferencia a n-butano, para disolver selectivamente su contenido de buteno-2 mientras se deja pasar sin disolver su contenido de n-butano, y separar el buteno-2 disuelto del disolvente rico, reciclar las cabezas de dicha operación de destilación extractiva, compuestas princi



palmente por n-butano, a deshidrogenación de dicha primera etapa, reunir el buteno-1 separado por dicha operación de destilación fraccionada con el buteno-2 separado por dichas operaciones de destilación extractiva-
5 y separación, para obtener una carga para la deshidrogenación de segunda etapa, deshidrogenar catalíticamente a butadieno en una deshidrogenación de segunda etapa dichos buteno-1 y buteno-2 reunidos, tratar el efluente procedente de dicha deshidrogenación de segunda -
10 etapa para recuperar de él una primera fracción que contiene su contenido de buteno-1 y n-butano y algo de su contenido de buteno-2 y una segunda fracción que contiene su contenido de butadieno, y someter dicha primera fracción a destilación fraccionada en dicho fraccio-
15 nador juntamente con dicho contenido de hidrocarburo C_4 del efluente procedente de la deshidrogenación de primera etapa.

5.- Un procedimiento para la fabricación de butadieno a partir de butano normal, que comprende des-
20 hidrogenar catalíticamente butano normal a buteno normal en una deshidrogenación de primera etapa, someter el contenido de hidrocarburo C_4 del efluente resultante a destilación fraccionada en un fraccionador para eliminar buteno-1 desde n-butano y buteno-2, someter -
25 la mezcla resultante de n-butano y buteno-2 a extracción con disolvente selectivo para disolver selectivamente el buteno-2, y separar el buteno-2 disuelto desde el disolvente rico, reunir el buteno-1 separado por dicha etapa de destilación fraccionada con el buteno-2 -
30 separado por dichas operaciones de extracción con disol

278048

13



4

5

10

15

20

25

30

vente y separación para dar una carga de alimentación de dicha deshidrogenación de segunda etapa, deshidrogenar catalíticamente a butadieno en una deshidrogenación de segunda etapa dichos buteno-1 y buteno-2 reunidos, destilar fraccionadamente la parte del efluente resultante procedente de la deshidrogenación de segunda etapa que contiene todo su contenido de hidrocarburo C_4 y algo de contenido más pesado que C_4 , para recuperar una fracción de cabeza que contiene substancialmente todo su contenido de isobutileno, buteno-1, butadieno y n-butano y, por lo menos, algo del contenido de buteno-2 y una fracción de colas que contiene el contenido más pesado que C_4 y el resto del contenido de buteno-2, someter dicha fracción de cabeza a extracción con disolvente selectivo para disolver selectivamente una primera fracción que contiene substancialmente todo su contenido de butadieno y algo de su contenido de buteno-2, y dejar pasar sin disolver una segunda fracción que contiene su contenido de isobutileno, buteno-1 y n-butano y el resto de su contenido de buteno-2, separar dicha primera fracción desde el disolvente rico, destilar fraccionadamente dicha primera fracción separada para recoger una fracción de cabeza de butadieno esencialmente puro y una fracción de colas que contiene buteno-2, reunir dichas dos fracciones de colas y fraccionar la corriente compuesta para recuperar como cabeza su contenido de buteno-2, mezclar la fracción de cabeza resultante de buteno-2 con dicha alimentación de buteno-1 y buteno-2 reunidos destinada a dicha operación de deshidrogenación -

273048

1300



de segunda etapa, eliminar selectivamente suficiente cantidad del contenido de isobutileno de dicha segunda fracción para evitar que el isobutileno crezca en el sistema hasta un grado rechazable, y pasar la corriente resultante de buteno-1, n-butano y buteno-2 de la cual se ha eliminado así el isobutileno en dicho fraccionador primeramente mencionado hasta un punto de él por encima del cual entra dicho contenido de C₄ del efluente procedente de la deshidrogenación de primera etapa.

6.- El procedimiento del punto 2, en el cual dicha eliminación de isobutileno se consigue por polimerización selectiva del mismo sin afectar substancialmente al contenido de buteno normal de dicha primera fracción.

7.- El procedimiento del punto 5, en el cual dicha eliminación de isobutileno desde dicha segunda fracción se efectúa por polimerización selectiva del mismo sin afectar substancialmente al contenido de buteno normal de dicha fracción.

8.- El procedimiento del punto 1, en el cual el disolvente usado en dicha operación de destilación extractiva, es furfural.

9.- El procedimiento del punto 5, en el cual el disolvente utilizado en ambas de dichas operaciones de extracción con disolvente selectivo, es furfural.

10.- Un procedimiento para la fabricación de butadieno a partir de butano normal, que comprende deshidrogenar catalíticamente butano normal a butenos normales en una primera etapa de deshidrogenación, someter

278048



el contenido de hidrocarburo C_4 del efluente resultante a destilación fraccionada en un fraccionador para eliminar buteno-1 desde n-butano y buteno-2, someter la mezcla resultante de n-butano y buteno-2 a destilación
5 cor. disolvente selectivo para disolver selectivamente el buteno-2, y separar del disolvente rico el buteno-2, reunir el buteno-1 separado por dicha operación de destilación fraccionada con el buteno-2 separado por dichas
10 operaciones de extracción con disolvente y separación para dar una alimentación de la deshidrogenación de segunda etapa, deshidrogenar catalíticamente dicho buteno-1 y buteno-2 reunidos a butadieno en una deshidrogenación de segunda etapa, destilar fraccionadamente la parte del efluente resultante procedente de la deshidroge-
15 nación de segunda etapa que contiene todo su contenido de hidrocarburo C_4 y algo del contenido más pesado que C_4 , para recuperar una fracción de cabeza que contiene substancialmente todo el contenido de buteno-1, butadieno y n-butano y, por lo menos algo del contenido de buteno-2 y una fracción de colas que contiene el contenido
20 más pesado que C_4 , y el resto del contenido de buteno-2, someter dicha fracción de cabeza a extracción con disolvente selectivo para disolver selectivamente una primera fracción que contiene substancialmente todo el contenido de butadieno en la misma y algo del contenido de
25 buteno-2 de la misma, dejando pasar sin disolver una segunda fracción que contiene su contenido de buteno-1 y n-butano y el resto de su contenido de buteno-2, separar dicha primera fracción desde el disolvente rico, -
30 destilar fraccionadamente dicha primera fracción separa

278048

13



da para recuperar una fracción de cabeza de butadieno
esencialmente puro y una fracción de colas que contiene
buteno-2, reunir dichas dos fracciones de colas y
fraccionar la corriente compuesta para recoger como ca
5 beza su contenido de buteno-2, mezclar la fracción re-
sultante de cabeza de buteno-2 con dicha alimentación
de buteno-1 y buteno-2 reunidos destinada a dicha ope-
ración de deshidrogenación de segunda etapa, y someter
dicha segunda fracción a destilación fraccionada en di
10 che fraccionador primeramente mencionado junto con dicho
contenido de hidrocarburo C_4 del efluente procedente de
la deshidrogenación de primera etapa .

11.- Un procedimiento para la fabricación -
de butadieno a partir de butano normal, que comprende
15 deshidrogenar catalíticamente butano normal a buteno -
normal en una deshidrogenación de primera etapa, some-
ter el contenido de hidrocarburo C_4 del efluente resultan-
te a destilación fraccionada en un fraccionador para -
separar su contenido de buteno-1 como un producto de -
20 cateza de un producto de colas que contiene su conteni-
do de n-butano y buteno-2, someter la mezcla resultan-
te de n-butano y buteno-2 a destilación extractiva con
un disolvente que disuelve buteno-2 con preferencia a
n-butano para disolver selectivamente su contenido de
25 buteno-2 mientras se deja pasar sin disolver su conte-
nido de n-butano, y separar el buteno-2 disuelto desde
el disolvente rico, reciclar la cabeza de dicha opera-
ción de destilación extractiva, compuesta de n-butano,
a dicha deshidrogenación de primera etapa, reunir el -
30 buteno-1 separado por dicha operación de destilación -

278048

13 OCT



fraccionada con el buteno-2 separado por dichas operaciones de destilación extractiva y separación para dar una carga de alimentación de la deshidrogenación de segunda etapa, deshidrogenar catalíticamente a butadieno en una deshidrogenación de segunda etapa dichos buteno-1 y buteno-2 reunidos, tratar el efluente de dicha deshidrogenación de segunda etapa para recuperar de él una primera fracción que contiene el buteno-1 y n-butano del mismo y una segunda fracción que contiene su contenido de butadieno, recoger separadamente el contenido de butano normal y buteno-1 de dicha primera fracción, reciclar a dicha deshidrogenación de segunda etapa dicho contenido de butano normal, y reciclar a dicha segunda etapa de deshidrogenación dicho contenido de buteno-1.

12.- Un procedimiento para la fabricación de butadieno a partir de butano normal.

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

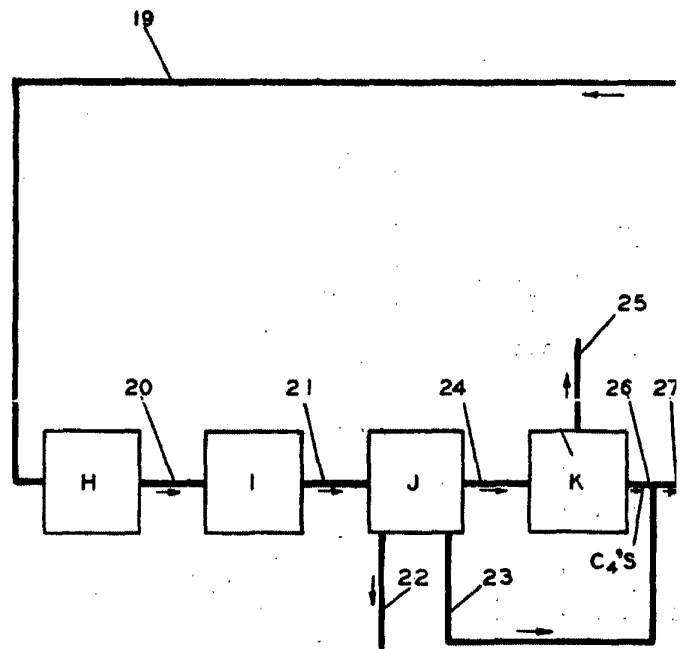
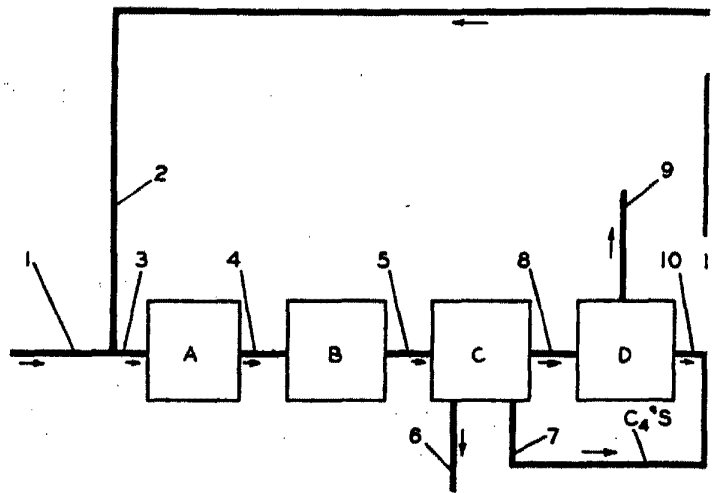
Esta Memoria consta de cuarenta hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

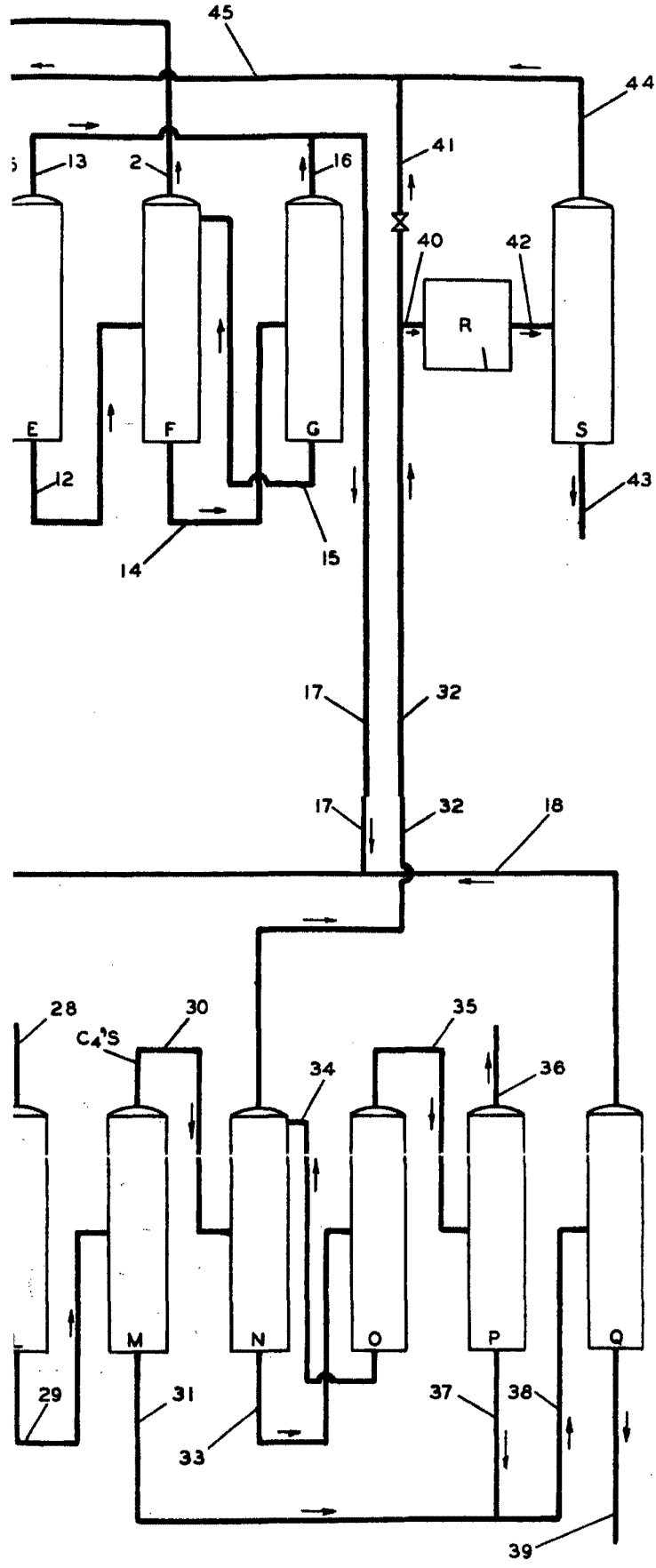
13 OCT. 1962

P.A.

Alberto de Elizabeta
Por Fianza



278048



Alberto de Elizalde
[Signature]