

PATENTE DE INVENCION

Your Case No. 581-Spain.

278505

20



Memoria Descriptiva

sobre:

" Procedimiento de separación de una mezcla de hidrocarburos aromáticos C_8 ".

Solicitante:

SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC., entidad norteamericana, residente en:

Park Avenue, New York 16, New York, EE.UU. de A.

5. Esta invención se relaciona con un procedimiento perfeccionado para separar mezclas de hidrocarburos que contienen predominantemente aromáticos C_8 . Más particularmente, la invención se relaciona con un método perfeccionado de separación



278505

y recuperación de varios de los componentes C_8 contenidos en una mezcla de aromáticos C_8 .

5. Las mezclas concentradas de aromáticos C_8 son comercialmente asequibles. Varios constitutivos de estas mezclas son productos especialmente valiosos, habiéndose ideado métodos para resolver las mezclas en productos sustancialmente puros. Sin embargo, tales métodos anteriores no han sido enteramente satisfactorios desde el punto de vista de la economía y de la facilidad de operación.
- 10.

Es un objeto de esta invención el proporcionar un método perfeccionado de separación de mezclas de aromáticos C_8 .

15. Un objeto particular de la invención es el de proporcionar un método perfeccionado de separación de productos etilbencénicos, ortoxilénicos y paraxilénicos de elevada pureza de una mezcla de hidrocarburos aromáticos C_8 .

20. Otro objeto de la invención es el de establecer un perfeccionado método de destilación para la separación de mezclas aromáticas C_8 .

Otros objetos resultarán evidentes por la siguiente descripción de la invención.

25. El adjunto dibujo ilustra esquemáticamente una versión de la invención.

30. Con referencia al dibujo, se introduce una fracción aromática C_8 sustancialmente exenta de materiales que hierven a igual o inferior temperatura que el etilbenceno por medio de un conducto 1 en un fraccionador 2, en el que se separa



5. la mezcla en un producto superior etilbencénico sustancialmente puro y unos fondos constituidos por otros aromáticos C_8 y algún etilbenceno. El fraccionador 2 es ilustrativamente de una o más columnas de destilación de platillos múltiples, tales como las que se conocen para este tipo de operación. El calor necesario para efectuar la separación por destilación se suministra en la base del fraccionador 2 por medio del rehervidor 3, como se describirá más detalladamente líneas adelante.

10. El etilbenceno se recupera por medio del conducto 4. La corriente de los fondos del fraccionador 2 se pasa por los conductos 5 y 6 al fraccionador 7, en el que la mezcla es fraccionalmente destilada bajo condiciones de elevada presión para producir una fracción de fondos formada por ortoxileno y materiales de elevado punto de ebullición y una fracción vaporosa superior formada por meta-xileno, paraxileno, ortoxileno y cantidades pequeñas de etilbenceno y materiales de bajo punto de ebullición.

15. La corriente de fondos del fraccionador 2 se mezcla convenientemente con una corriente de reciclado formada por aromáticos C_8 procedentes de una operación de isomerización como más adelante se describirá, antes del fraccionamiento en el fraccionador 7.

20. El calor necesario para realizar la separación por destilación en el fraccionador 7 es proporcionado por una fuente externa ilustrada por el rehervidor 18. Preferiblemente, el líquido de

25.

30.



272505

- la sección inferior del fraccionador es vaporizado al exterior de éste mediante cambio térmico indirecto como en un calentador de calentamiento indirecto, re-
alimentándose los vapores resultantes a la parte inferior del fraccionador. Como variante, pueden emplearse otros medios para proporcionar calor al fraccionador 7.
- 5.
- En el fraccionador 7, se separa la mezcla de carga en una corriente de fondos líquida de ortoxileno y materiales de un punto de ebullición superior al de los aromáticos C_8 . La corriente de fondos del fraccionador 7 se pasa a través del conducto 8 al fraccionador 9, donde se separa ortoxileno por arriba mediante el conducto 10 en un grado de elevada pureza, de los materiales de superior punto de ebullición, que se retiran a través del conducto 11. El calor necesario para realizar esta separación se proporciona por medio del rehervidor 11.
- 10.
- 15.
- Los vapores superiores del fraccionador 7 se emplean de acuerdo con esta invención para comunicar calor de re-ebullición al fraccionador 2, al fraccionador 9 y al fraccionador 13, empleándose este último para separar una fracción que contiene principalmente metaxileno, ortoxileno y paraxileno, junto con una pequeña cantidad de etilbenceno, a través del conducto 14, del material superior de inferior punto de ebullición, que se retira a través del conducto 15. Mediante la nueva disposición de destilación, se consiguen notables economías en el proceso, en contraste con los procesos anteriores.
- 20.
- 25.
- 30.

278505



5. En tales procesos anteriores, cada uno de los diversos fraccionadores estaba equipado con medios de calentamiento y enfriamiento separados e independientes. Normalmente, el calor se proporcionaba mediante vapor de agua o una equivalente fuente externa al rehervidor básico de cada columna a fin de realizar la separación por destilación. Los vapores superiores de cada columna eran enfriados y condensados en aparatos separados e independientemente mediante indirecto cambio térmico con agua refrigerante.

10. En tales procesos anteriores, los costos del equipo eran muy elevados. Además, de las grandes cantidades de calor necesarias para realizar la separación por destilación de los materiales C_3 con puntos de ebullición próximos, la mayor parte del calor se perdía en el agua refrigerante.

15. La presente invención representa un marcado y significativo avance respecto a tales técnicas anteriores. En el presente proceso inventivo, el calor necesario para efectuar la separación en el fraccionador 7, en lugar de perderse se recupera y emplea para efectuar las separaciones por destilación en los fraccionadores 2, 13 y 9. Los vapores del fraccionador 7 transportan y comunican calor de fraccionamiento a los fraccionadores 2, 9 y 13. Los rehervidores 3, 12 y 16 cumplen la doble finalidad de suministrar calor a los respectivos fraccionadores y condensar los vapores del fraccionador 7.

20. Así, las necesidades de condensadores sistematizados

25.

30.

20 JUN.



278505

son notablemente menores en contraste con las técnicas anteriores.

Además, resultará evidente mediante una consideración del presente proceso la obtención de notables economías de calor. Mientras que se perdían anteriormente grandes cantidades del calor necesario para efectuar la separación en el fraccionador 7 como resultado del enfriamiento y condensación de los vapores superiores de la columna 7 con agua refrigerante, en el presente proceso se convierte un mínimo de este calor a un estado no utilizable. De esta manera, se obtienen notables economías de calor.

A fin de llevar a cabo la invención, los vapores superiores de la columna 7 han de estar a una presión suficientemente elevada para que se condensen a la temperatura de la mezcla de destilación en la parte inferior del fraccionador 2.

En líneas generales, los vapores superiores de la columna 7 se mantienen a una presión de 30 a 130 libras por pulgada cuadrada, convenientemente de 60 a 100 lpc y preferiblemente de 75 a 85 lpc. Los vapores se condensan en los rehervidores 3, 12 y 16 al tiempo que proporcionan calor a las columnas 2, 9 y 13. El líquido condensado se pasa al recipiente colector 17 por el conducto 23, el 19 y el 20. Desde el recipiente 17, vuelve algún líquido a la columna 7 como reflujo a través del conducto 21, cargándose el resto en la columna 13 por medio del conducto 22. En la columna 13 se separa una mezcla líquida de metaxileno, ortoxileno y paraxileno que

278505



contiene una pequeña cantidad de etilbenceno y se recupera por medio del conducto 14 de una fracción de punto de ebullición inferior al de los aromáticos C_8 , que se retira por el conducto 15.

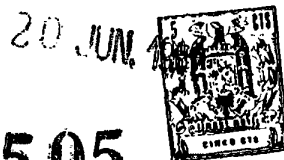
5. La fracción de metaxileno, ortoxileno y paraxileno se somete convenientemente a un tratamiento de cristalización de acuerdo con técnicas conocidas (no mostradas), en virtud del cual se recupera paraxileno sustancialmente puro. El filtrado
10. puede someterse a un tratamiento de isomerización mediante técnicas conocidas y, después de unas adecuadas operaciones de purificación, el efluente isomerizador puede mezclarse con los fondos del fraccionador 2 llevarse al fraccionador 7 a través del
15. conducto 6.

La invención es ilustrada pero no limitada por los siguientes ejemplos, en los que las partes son por peso salvo indicación en contrario.

E j e m p l o - 1.

20. Se fraccionan aproximadamente 110 partes de una fracción aromática C_8 conteniendo aproximadamente un 22% de ortoxileno, 18% de paraxileno, 40% de metaxileno y 20% de etilbenceno, en el fraccionador 2. Se obtienen etilbenceno sustancialmente
25. puro (99,9%) en una cantidad de 20 partes aproximadamente como vapores superiores a unos 140°C y 3 lpc, se condensan y se recuperan como producto. Se retira del fraccionador 2 una corriente líquida de fondos a unos 200°C y 50 lpc a través del conducto 5.
30. La corriente de fondos en una cantidad

278505



- aproximada de 90 partes y conteniendo aproximadamente un 26,9% de ortoxileno, 22,0% de paraxileno, 48,9% de metaxileno y 2,2% de etilbenceno, se combina con unas 205 partes de un efluente isomerizador purificado para formar una mezcla que contiene aproximadamente un 21,4% de ortoxileno, 21,3% de paraxileno, 53,2% de metaxileno y 4,1% de etilbenceno e hidrocarburos de puntos de ebullición superior e inferior.
5. Se fracciona la mezcla en una columna 7 de destilación de platillos múltiples. Se proporciona calor retirando líquido del fondo de la columna, vaporizando este líquido en un calentador indirectamente calentado y devolviendo los vapores a la parte inferior de la columna 7. Se separan aproximadamente 2300 partes de una fracción superior compuesta de aproximadamente un 26,7% de paraxileno, 2,5% de ortoxileno, 57,4% de metaxileno y 3,4% de etilbenceno e impurezas de puntos de ebullición superiores, en forma de vapor a unos 220°C y 80 lpc. Se separa como líquido a unos 235°C y 85 lpc una fracción de fondos en una cantidad aproximada de 65 partes conteniendo un 92% de ortoxileno y un 8% de impurezas.
- 10.
- 15.
- 20.

- La fracción de fondos citada se pasa a través del conducto 8 a la columna 9 de destilación de platillos múltiples, en la que se destila para separar aproximadamente 60 partes de un vapor de ortoxileno de elevada pureza (96%) a unos 150°C y 5 lpc de una fracción de fondos más pesada. Los fondos más pesados se separan a unos 175°C y 15 lpc.
- 25.

30. El vapor superior del fraccionador 7 a unos



278505

- 220°C y 80 lpc se divide en tres corrientes. Una corriente, en cantidad de 1950 partes aproximadamente, se pasa al rehervidor 3 en la base del fraccionador 2, donde condensa el vapor y proporciona así calor de destilación al fraccionador 2. La segunda corriente, en una cantidad aproximada de 12⁰ partes, se pasa al rehervidor 12 en la base del fraccionador 9, donde se separa ortoxileno de los materiales de superior punto de ebullición. En el rehervidor 12 condensa el vapor y proporciona calor de destilación al fraccionador 9. De igual forma, aproximadamente 230 partes del vapor se emplean en el rehervidor 16 del fraccionador 13 para proporcionar el calor necesario para separar materiales más ligeros de la fracción de metaxileno, ortoxileno y paraxileno.

- El condensado del rehervidor se recoge en el recipiente colector 17. Aproximadamente 2070 partes del condensado se recirculan al fraccionador 7 como reflujo. Aproximadamente 230 partes del condensado se pasan al fraccionador 13, donde unas 10 partes de material ligero son separadas por arriba a unos 120°C y 5 lpc. Se obtiene una fracción de fondos en cantidades de unas 220 partes, consistente en 28,5% de paraxileno, 67,7% de metaxileno, 2,8% de ortoxileno, 1,0% de etilbenceno, aproximadamente, y otros materiales .

- Una porción de esta fracción de fondos se enfría aproximadamente a -70°C, cristalizando así el paraxileno. Este se separa por centrifugación



20 JUN 1952
278505

en cantidad aproximada de 15 partes con una pureza del 98,5%.

5. La porción restante de dicha fracción de fondos se combina con el filtrado líquido después de la separación de los cristales de paraxileno, se isomeriza esta mezcla resultante a unos 460°C y 190 lpc en presencia de hidrógeno, con lo cual el contenido de paraxileno y ortoxileno de la misma queda enriquecido y el isomerizado tiene una composición aproximada del 19% de ortoxileno, 21% de paraxileno, 53% de metaxileno, 1% de etilbenceno, 4% de más ligeros que el C₈ y 2% de más pesados que el C₈.

15. Después de la destilación para separar el material ligero y pesado, se combina el isomerizado con fondos del fraccionador 2 y se trata ulteriormente como queda descrito.

E j e m p l o - 2.

20. Se destilan en el fraccionador 2 como se describe en el ejemplo 1 unas 110 partes de un aromático C₈ de la misma composición que el descrito en el ejemplo 1, para separar aproximadamente 20 partes de etilbenceno por encima desde la corriente líquida de fondos.

25. La corriente de fondos, en cantidad de unas 90 partes y conteniendo aproximadamente un 26,9% de ortoxileno, 22% de paraxileno, 48,9% de metaxileno y 2,2% de etilbenceno, se combina con unas 295 partes de un efluente isómero purificado.
30. La resultante mezcla combinada se fracciona en la

278505



- columna 7 de destilación de platillos múltiples. El calor se proporciona retirando líquido del fondo de la columna, vaporizando este líquido en un calentador de calentamiento indirecto y devolviendo los vapores
5. a la parte inferior de la columna 7. Aproximadamente 2555 partes de una fracción superior compuesta aproximadamente de un 22,5% de paraxileno, 17,8% de ortoxileno, 54% de metaxileno y 5,7% de etilbenceno e impurezas de ebullición más ligera, se separan
10. en forma de vapor a unos 220°C y 80 lpc. Se separa una fracción de fondos en cantidad aproximada de 20 partes y conteniendo aproximadamente un 75% de ortoxileno y un 25% de impurezas, en forma de líquido a unos 235°C y 85 lpc.
15. La citada fracción de fondos es pasada a través del conducto 8 a la columna de destilación 9 de platillos múltiples, en la que se destila para separar aproximadamente 16 partes de un vapor de ortoxileno de elevada purezas (96%) a unos
20. 150°C y 5 lpc, de una fracción de fondos más pesada. Los fondos más pesados se retiran aproximadamente a 175°C y 15 lpc.
25. El vapor superior del fraccionador 7, aproximadamente a 220°C y 80 lpc, se divide en tres corrientes. Una corriente, en cantidad de 1950 partes aproximadamente, se pasa al rehervidor 3 en la base del fraccionador 2, donde se condensa el vapor y proporciona así calor de destilación al fraccionador 2. La segunda corriente, en cantidad
30. de 125 partes aproximadamente, se pasa al rehervidor



- 12 en la base del fraccionador 9, donde se separa ortoxileno de los materiales de superior ebullición. En el rehervidor 12 se condensa el vapor y proporciona calor de destilación al fraccionador 9.
5. De igual modo, unas 480 partes del vapor se emplean en el rehervidor 16 del fraccionador 13 para proporcionar el calor necesario para la separación de los materiales más ligeros de la fracción de meta-xileno, ortoxileno y paraxileno.
10. El condensado del rehervidor se recoge en el recipiente colector 17. Aproximadamente 2190 partes del condensado son recirculadas al fraccionador 7 como reflujo. Aproximadamente 365 partes del condensado son llevadas al fraccionador 13, donde se
15. separan por arriba 14 partes de material ligero a unos 120°C y 5 lpc. Se obtiene una fracción de fondos en cantidad aproximada a 351 partes, consistentes en un 23,3% de paraxileno, 56,5% de meta-xileno, 18,5% de ortoxileno, 1,7% de estilbenceno, aproximadamente, y otros materiales.
20. La citada fracción de fondos es enfriada aproximadamente a -70°C, cristalizando así el paraxileno. Este se separa por centrifugación en cantidad aproximada a 56 partes, con una pureza del
25. 98,5%.
- El filtrado es isomerizado a unos 460°C y 190 lpc en presencia de hidrógeno, con lo que su contenido en paraxileno y ortoxileno resulta enriquecido, teniendo el isomerizado una composición del
30. 19% aproximadamente de ortoxileno, 21% de paraxileno,

278505



53% de metaxileno, 1% de etilbenceno, 4% de más ligeros que los C-8 y un 2% de más pesados que los C-8.

5. Después de la destilación para separar el material ligero y pesado, se combina el isomerizado con fondos del fraccionador 2 y luego se trata como queda descrito anteriormente.

10. La presente invención, aunque ilustrada por lo que antecede, puede ponerse en práctica en una amplia variedad de condiciones operatorias para efectuar la separación que se desee.

15. La mezcla de aromáticos C₈ que ha de separarse puede variar ampliamente en su composición. Igualmente, el número de productos obtenidos, así como la cantidad de un producto determinado, pueden variar según sean los requisitos de una práctica determinada de la invención.

20. Las específicas condiciones operatorias para realizar una particular separación por destilación pueden variar de acuerdo con el material de alimentación, la deseada separación, etc., como resultará evidente para los expertos en la materia.

25. N O T A

30. Descrita suficientemente la naturaleza del invento así como la misma de realizarse en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren

20 JUN



273505

- su principio fundamental. También se hace constar que el invento se refiere a una solicitud de patente presentada en Norteamérica con fecha 20 de junio de 1961 nº 118.473, acogiéndose por lo tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita patente de invención por 20 años en España: " PROCEDIMIENTO DE SEPARACION DE UNA MEZCLA
5. DE HIDROCARBUROS AROMATICOS C_8 "; caracterizándose por lo siguiente:
10. 1ª.- Procedimiento de separación de una mezcla de hidrocarburos aromáticos C_8 , en el que la mezcla se separa en una serie de operaciones de destilación separadas, caracterizado por-
15. que comprende el paso de vapores superiores de una operación de destilación a un indirecto cambio térmico con una mezcla que se está destilando en una diferente operación de destilación, condensándose dichos vapores y proporcionándose de esta
20. manera calor de destilación en dicha operación diferente de destilación.
25. 2ª.- Procedimiento de separación de una mezcla de hidrocarburos aromáticos C_8 , que contiene etilbenceno y otros aromáticos C_8 , caracterizado porque la destilación de la mezcla C_8 es una primera zona de destilación para separar una fracción superior de etilbenceno de una fracción de
30. fondos, la destilación de dicha fracción de fondos en una segunda zona de destilación para producir



278505

- una fracción vaporosa superior y una fracción líquida de fondos, el paso del vapor desde dicha segunda zona de destilación a la referida primera zona de destilación, y la condensación del referido vapor mediante indirecto cambio térmico con la mezcla que se está separando en dicha primera zona de destilación.
- 5.
- 3ª.- Procedimiento de separación de una mezcla de hidrocarburos aromáticos C₈, que contiene
10. etilbenceno, ortoxileno, metaxileno y paraxileno, caracterizado por que comprende la destilación de la mezcla en una primera zona de destilación para separar una fracción superior de etilbenceno de una fracción de fondos que contiene ortoxileno,
15. metaxileno y paraxileno, la destilación de la fracción de fondos en una segunda zona de destilación a presión elevada para separar vapores superiores de xilenos mezclados de una fracción de fondos de ortoxileno, la destilación de la fracción de ortoxileno en una tercera zona de destilación para separar producto ortoxilénico de un material más
20. pesado, la destilación de la fracción de xileno mezclados después de condensación en una cuarta zona de destilación para separar material más ligero
25. de los xilenos, el paso del vapor de xileno mezclados desde dicha segunda zona de destilación a cada una de las citadas zonas de destilación primera, tercera y cuarta y la condensación del citado vapor mediante indirecto cambio térmico con la
30. mezcla que se está separando en dichas zonas de des-

278505



tilación primera, tercera y cuarta.

4ª.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 3ª, en el que los xilenos mezclados de la cuarta zona de destilación son enfriados y se separa paraxileno cristalizado, isomerizándose los restantes xilenos y recirculándose los xilenos del isomerizado a dicha segunda zona de destilación.

5ª.- Procedimiento de separación de una mezcla de hidrocarburos aromáticos C_8 ; tal y como queda sustancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en el adjunto dibujo.

Esta memoria consta de dieciséis hojas escritas a máquina por una sola cara.

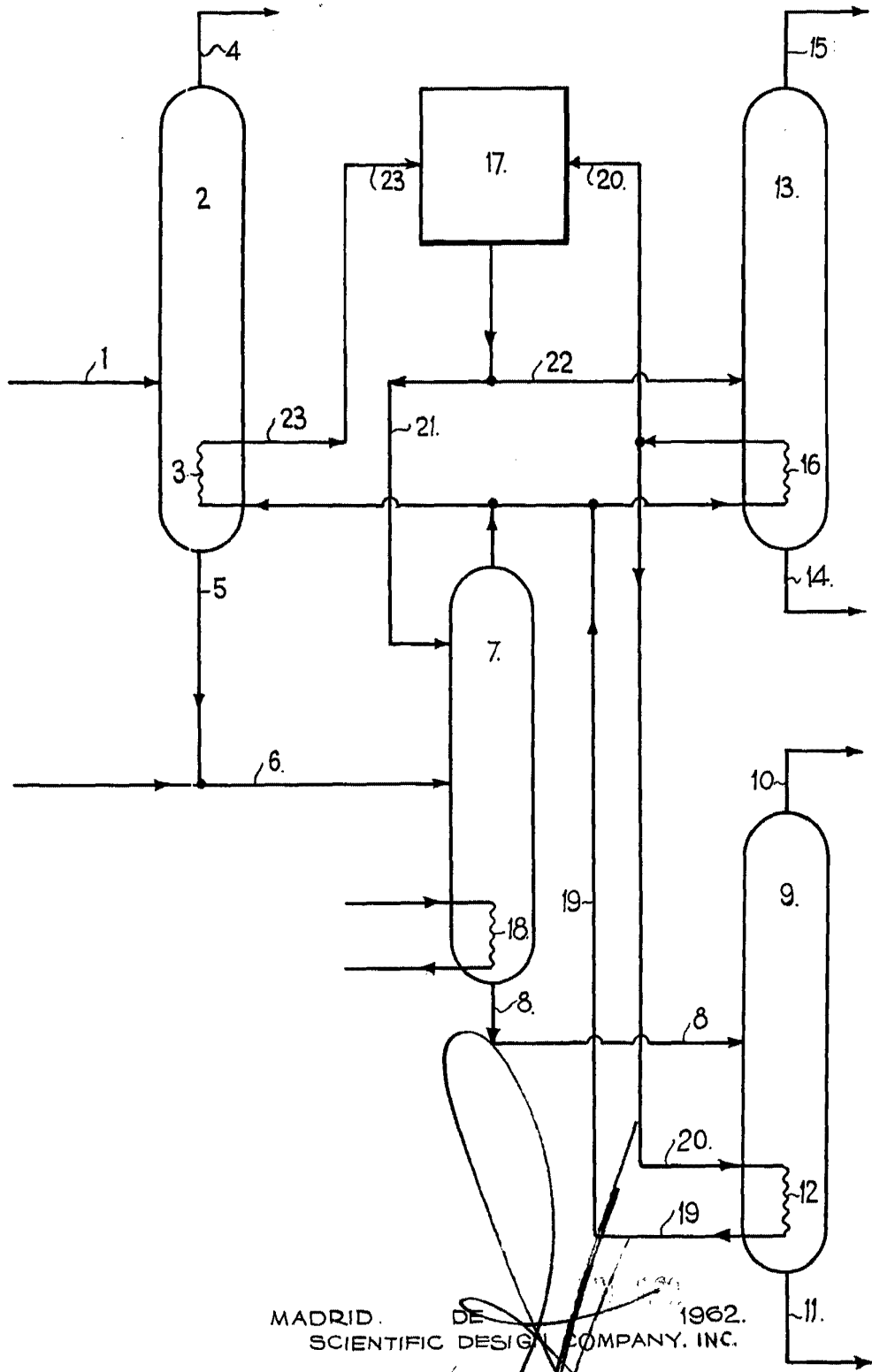
Madrid,

JUN. 1962

SCIENTIFIC DESIGN COMPANY,
INC.

J. GÓMEZ ACEBO Y MODEV

278505



MADRID. DE 1962.
SCIENTIFIC DESIGN COMPANY. INC.

[Handwritten signature]