



PATENTE DE INVENCION

Case No. 595 - Spain

283871

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento para la oxidación parcial de hidrocarburos en fase líquida".

Solicitante: SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC., entidad norteamericana, residente en 2 Park Avenue, New York 16, N.Y., EE. UU. de A.

Este invento se refiere a un procedimiento para la oxidación parcial de hidrocarburos en fase líquida, con un gas que contenga oxígeno molecular y, más especialmente, a un procedimiento de esta naturaleza, en el que una parte del

283871



- 2 -

hidrocarburo se vaporiza del sistema de reacción, y se condensa y se introduce de nuevo en el mismo y, más específicamente, a un procedimiento de dicha naturaleza, en el que la mezcla de reacción se calienta por medio del hidrocarburo citado, en forma de vapor.

Los procedimientos para la oxidación parcial de los hidrocarburos en fase líquida, han obtenido éxito comercial. Sin embargo, el agua formada durante la oxidación, o de otro modo, que se introduce en el recipiente de reacción, puede obstaculizar la reacción para obtener el producto deseado.

Una técnica conocida para separar agua del reactor, consiste en retirarla en forma de vapor, con los hidrocarburos vaporizados no-reaccionados, y los gases no-condensados. El total de estos vapores denominados "boil-up" (cocidos) se enfrían a continuación. El agua y los hidrocarburos se condensan y se posan; la fase agua se separa de la fase hidrocarburo; el agua se desecha, y el hidrocarburo se introduce de nuevo en el reactor. La proporción de "cocido" se determina por muchos factores, tales como la temperatura y la presión del recipiente de reacción. Puede ser precisa una elevada proporción de "cocido" cuando es necesario disponer de una baja presión parcial del oxígeno. Este procedimiento, adolece de muchos inconvenientes. En el reactor existe una transmisión de calor reducida (indirecta), si se utiliza un serpentín o envoltura, a causa de las concreciones, especialmente si la

283871



mezcla de reacción es una pasta. Para separar los hidrocarburos "cocido" y el agua es necesario en friar aquellos y condensarlos. Para tratar de nuevo los hidrocarburos, es preciso añadir grandes -

5. cantidades de calor al reactor, con objeto de mantener las condiciones adecuadas de reacción. La condensación de los hidrocarburos vaporosos, requiere la alimentación de elevadas cantidades de calor y grandes superficies de condensación, que

10. aumentan adicionalmente el coste del procedimiento.

La técnica se enfrenta con el problema de proporcionar un procedimiento más satisfactorio aún, para la oxidación parcial de la fase líquida, que reduzca al mínimo o elimine estos inconvenientes.

15.

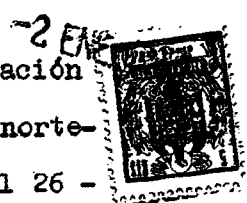
Los descubrimientos asociados con este invento y relacionados con la solución de los problemas anteriores, y los objetos logrados de acuerdo con este invento, como se indica en los párrafos siguientes, comprende el suministro; de un procedimiento para la oxidación parcial de hidrocarburos en fase líquida, con un gas que contenga oxígeno molecular, en una zona de oxidación, vaporizando una parte del hidrocarburo e introduciendo los vapores resultantes en dicha zona, por cuyo medio esta se calienta; extrayendo opcionalmente un efluente gaseoso que contenga hidrocarburo sin reaccionar y agua; condensando y separando hidrocarburo del efluente gaseoso e introduciendo

20.

25.

30.

283871



- el hidrocarburo separado en la zona de oxidación (como se indica en la solicitud de patente norteamericana nº de serie 140.794, presentada el 26 de septiembre de 1.961); de un procedimiento en
5. el que el hidrocarburo sea un ciclo-alkano; de un procedimiento en el que el cicloalkano es ciclohexano; de un procedimiento en el que el hidrocarburo se hace reaccionar con el gas que contiene oxígeno, en presencia de un compuesto de boro; de un
 10. procedimiento en el que el compuesto de boro es el ácido metabórico; de un procedimiento que comprende el poner en íntimo contacto el efluente gaseoso con una corriente relativamente fría del hidrocarburo líquido; de un procedimiento en el que
 15. la corriente de hidrocarburo líquido relativamente fría, contiene agua emulsionada; y otros objetos que resultarán evidentes de los detalles de las construcciones de este invento que figuran a continuación.
20. El dibujo adjunto es un esquema de circulación de una aplicación práctica de este invento.
- Con objeto de indicar más completamente aún la naturaleza de este invento, figuran los
25. ejemplos siguientes de procedimientos típicos, en los que las partes y porcentajes son ponderales, de no indicarse lo contrario, debiendo tenerse presente que estos ejemplos son aclaratorios solamente y no están destinados a indicar el alcance
 30. del invento.

283871



EJEMPLO 1 - Con referencia al dibujo, el reactor 10 de oxidación de partidas, cargado con 308 partes de ácido metabórico y 2.711 partes de ciclohexano, se mantiene a una temperatura de unos 166°F y a una presión de 8,4 kg/cm². Se introduce aire en el reactor 10 a través de la tubería 15, y se absorben alrededor de 77 partes de O₂. Reacciona alrededor del 8% del ciclohexano, y la mezcla líquida de reacción se retira por la tubería 16. Esta mezcla de reacción se trata, para recuperar el producto, de cualquier modo deseado, tal como se describe por ejemplo en la solicitud de patente antes citada.

Se introduce calor en el reactor 10, por medio de hidrocarburo en vapor, suministrado por la tubería 17. Este vapor se produce en el calorífero 31 por medio de vapor introducido en él por la tubería 32. El hidrocarburo se introduce en el calorífero 31 en forma de material nuevo, por la tubería 33, o como material re-circulado, procedente de las tuberías 20 y 30 (descritas más adelante). La cantidad de hidrocarburo en vapor es suficiente para mantener la mezcla de reacción a la temperatura deseada, así como para proporcionar el "cocido" deseado.

De este modo, se consigue la transmisión térmica, como ocurriría si se utilizara, en contacto con la mezcla de reacción, un calorífero indirecto tal como un serpentín o una envoltura de vapor. La mezcla de reacción puede hallarse en for

283871



ma de pasta, encontrándose presente en forma ² ~~50~~ lida algo del material inorgánico, que introduce complicados problemas de aglomeración con caloríferos indirectos. Sin embargo, este invento evita

5. tales dificultades.

Se conserva una elevada proporción de "cocido" y los vapores se separan del reactor - por la tubería 18, con un contenido de unas 3.200 partes de ciclohexano, 63 partes de agua y 254 -

10. partes de nitrógeno. Con preferencia, estos vapores, a una temperatura de unos 166°C, se hacen - pasar a la torre de contacto 12, que puede ser una torre de rociado o pulverización, rellena, u otro aparato convencional. En la torre de contac

15. to 12, los vapores calientes se ponen en contacto directo con ciclohexano líquido frío de recirculación, que contiene agua. Esta última corriente, con un contenido de unas 1.500 partes de ciclohexano y alrededor de 15 partes de agua fasea

20. da, penetra en la torre de contacto 12 por la línea 19, a una temperatura de unos 37,8°C. El contacto de las dos corrientes dá por resultado (1) la condensación de unas 1.500 partes de ciclohexano y la refrigeración de los vapores restantes:

25. (2) el caldeo del ciclohexano líquido a unos - 154°C, y (3) la separación del agua de la corriente de líquido de re-circulación. La corriente de ciclohexano calentado, se retira de la torre de contacto 2, por la tubería 20, y contiene unas

30. 3.000 partes de ciclohexano prácticamente exento

283871

2 EN



de agua. Una parte de esta corriente se hace re-
troceder al reactor de oxidación 10 en el que -
puede experimentar otra reacción. Los vapores en
5. friados (que contienen 1.700 partes de ciclohexa-
no, mas de 70 partes de agua y 254 partes de ni-
trógeno) abandonan la parte superior de la torre
de contacto 12 por la tubería 23, y pasan al con-
densador 13 en el que se condensan prácticamente
todo el ciclohexano y el agua. Los gases no-con-
10. densables, por ejemplo nitrógeno, se separan por
la tubería 24; esta corriente contiene alrededor
de 200 partes de vapor de ciclohexano que pueden
recuperarse en una operación de lavado subsiguien-
te. Por la tubería 25, el condensado ciclohexano
15. agua, a una temperatura de unos 37,8°C, pasa al
separador de fases 14. Se separan unas 63 partes
de agua de la parte inferior del separador 14, -
por la tubería 26, al desecharse la fase agua.
Por la tubería 19 se retiran unas 1.500 partes -
20. de ciclohexano que contiene agua, y se tratan co-
mo antes se ha descrito.

La corriente no condensable que abando-
na el condensador 13 por la tubería 24, puede in-
troducirse de nuevo en el reactor para su trata-
25. miento, procedimiento especialmente ventajoso -
cuando se deseen concentraciones de oxígeno infe-
riores a la del aire.

EJEMPLO 2 - Se repite el procedimiento del ejem-
plo 1, excepto que se lleva a cabo de modo con-
30. tinuo, siendo suficiente la cantidad de hidrocar-

283871

- 8 -



buro nuevo alimentado, para mantener un nivel prácticamente constante en el reactor, con extracción continua de algo de mezcla líquida de reacción, por la tubería 16.

5. En cualquiera de los casos, tanto si la reacción se realiza por partidas, semipartidas o procedimiento continuo, se obtiene una eficiencia elevada por la eliminación de las dificultades de transmisión térmica en el reactor. Se eliminan prácticamente los inconvenientes de paro por la limpieza de las superficies de transmisión térmica en el reactor.

15. Se consiguen resultados comparados a los anteriores, con distintas modificaciones, entre ellas las siguientes. Este invento es especialmente importante en los procedimientos de oxidación de hidrocarburos en los que se añaden a la masa del reactor compuestos de boro tales como ácido metabórico, con objeto de modificar el grado de la reacción de oxidación, procedimientos que se describen en la solicitud de patente norteamericana nº de serie 85.987 presentada el 31 de enero de 1.961. De acuerdo con el procedimiento de este invento, pueden oxidarse una gran variedad de hidrocarburos. Son especialmente aplicables, los hidrocarburos de peso molecular inferior, que tengan de 2 a 10 átomos de carbono por molécula, con preferencia, de 3 a 8 átomos. Pueden ser compuestos acíclicos, tales como parafinas de cadena lineal o ramificada, entre ellas butano, pentano, metilbutano,
- 20.
- 25.
- 30.



etc. Son especialmente preferidos los cicloalcanos tales como el ciclohexano.

5. Las condiciones del procedimiento comprendiendo la concentración de oxígeno, cantidad de "cocido", temperaturas, grados de presión y circulación y similares, se eligen para dar la conversión deseada del hidrocarburo, para obtener el producto de oxidación parcial que se desee.

10. Teniendo en cuenta la descripción anterior, los peritos en la materia comprenderán fácilmente la facilidad de introducir variaciones y modificaciones en lo descrito; se trata de que este invento abarque todas las modificaciones y variaciones excepto cuando no estén comprendidas en el alcance de las reivindicaciones siguientes.

15.

N O T A

20. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas, son susceptibles de modificaciones de detalle, en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una solicitud de patente presentada en EE. UU. de A. con fecha 2 de enero de 1962

25. bajo el nº 163.709 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 para la oxidación parcial de hidrocarburos en fa

30.

283871



se líquida"; caracterizándose por lo siguiente:

- 1º.- "Procedimiento para la oxidación parcial de hidrocarburos en fase líquida", con un gas que contenga oxígeno molecular, en una zona de oxidación, caracterizado por comprender el vaporizar una parte de dicho hidrocarburo e introducir los vapores resultantes en la zona de oxidación, por cuyo medio ésta se calienta.
5. 2º.- Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado por comprender el extraer de la zona de oxidación un efluente gaseoso que contiene hidrocarburo sin reaccionar y agua; el condensar y separar hidrocarburo del efluente gaseoso, y el introducir el hidrocarburo separado en la zona de oxidación.
10. 3º.- Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado porque el hidrocarburo es un cicloalcano.
15. 4º.- Procedimiento según reivindicación 3ª, caracterizado porque el cicloalcano es ciclohexano.
20. 5º.- Procedimiento según reivindicación 1ª, caracterizado porque el hidrocarburo se hace reaccionar con el gas que contiene oxígeno molecular, en presencia de un compuesto de boro.
25. 6º.- Procedimiento según reivindicación 5ª, caracterizado porque el compuesto de boro es ácido metabórico.
30. 7º.- Procedimiento según reivindicación 2ª, caracterizado por comprender el poner en intimo contacto efluente gaseoso con una corriente líquida

283871



relativamente fría de los hidrocarburos.

8ª.- Procedimiento según reivindicación 7ª, caracterizado porque la corriente líquida relativamente fría de hidrocarburos, contiene agua emulsionada.

5. 9ª.- "Procedimiento para la oxidación parcial de hidrocarburos en fase líquida"; tal y como queda substancialmente descrita en la presente Memoria e ilustrado en los adjuntos dibujos.

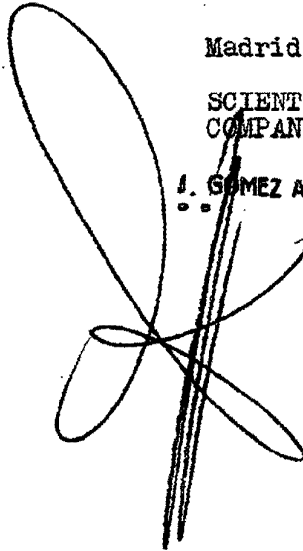
Esta memoria consta de once hojas escritas a máquina -

10. quina por una sola cara.

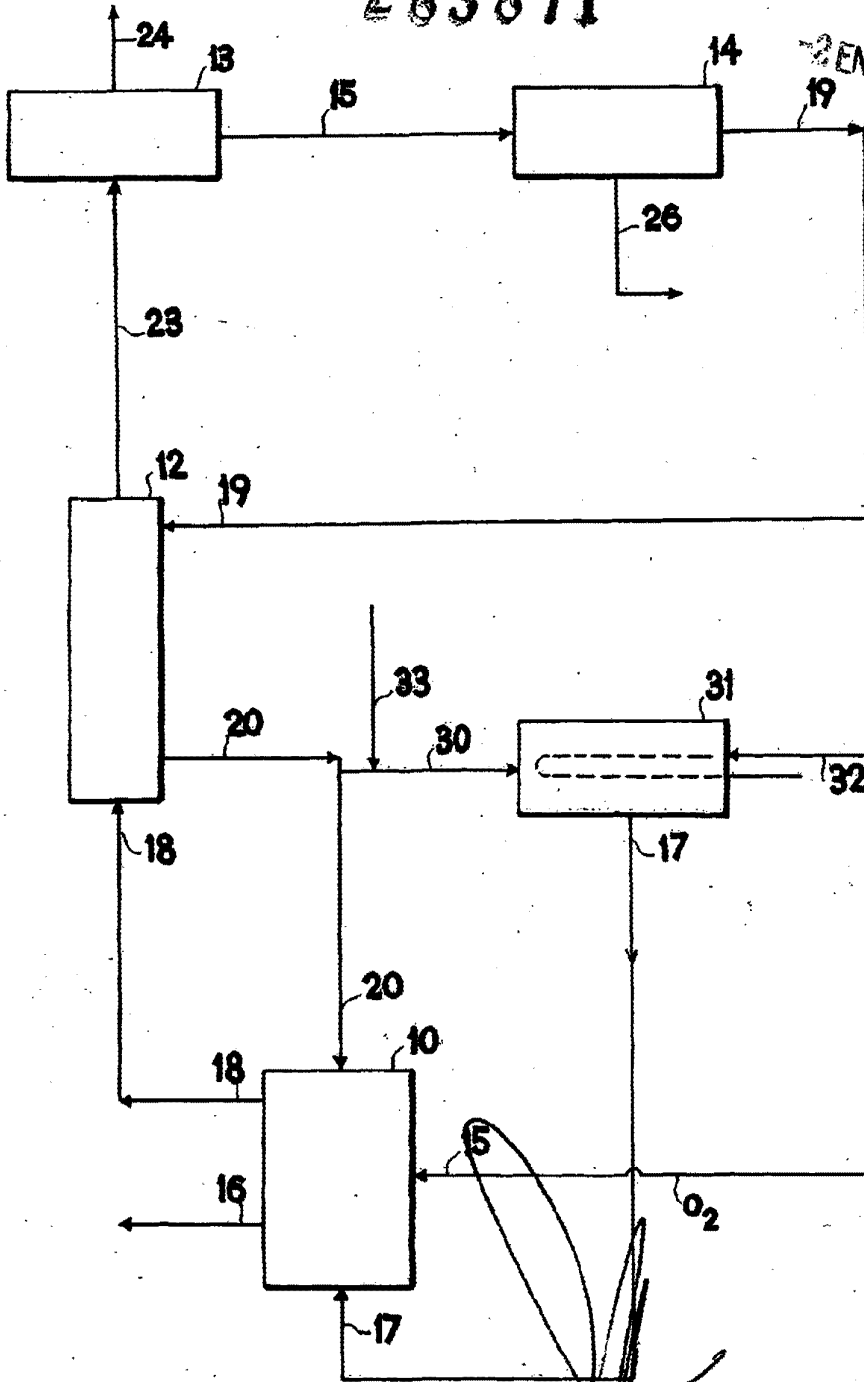
Madrid, 2 ENE 1965

SCIENTIFIC DESIGN
COMPANY, INC.,

J. GÓMEZ ACEBO Y MODER



283871



MADRID DE 1962.
SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC.

