

289219



Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento y aparato para la oxidación de hidrocarburos".

=====

Solicitante: HALCON INTERNATIONAL, INC, entidad norteamericana, residente en 2 Park Avenue, New York 16, New York, EE.UU de A.

=====

Este invento se refiere a un procedimiento y a aparatos nuevos y perfeccionados para la oxidación de hidrocarburos. Más específicamente, este invento muestra un procedimiento y aparato para vencer muchas dificultades anteriormente ineludibles, en la oxidación de

5.

- 2 -
289219



hidrocarburos. Más especialmente aún, este invento describe medios para soslayar los problemas presentados por la oxidación de hidrocarburos, cuando se utilizan como reactivos de boro para obtener el producto de oxidación deseado.

5.

En la oxidación de hidrocarburos, la presencia de agua obstaculiza a menudo la conversión eficaz en el producto de reacción deseado. Este agua se forma por la reacción de oxidación "per se" o se introduce en el recipiente de reacción desde orígenes exteriores.

10.

Una técnica conocida en los procedimientos anteriores para eliminar el agua del recipiente de reacción, consiste en extraerla en forma de vapor junto con los hidrocarburos vaporizados y no reaccionados, y los gases no-condensables. El total de estos vapores, denominado "Productos de ebullición prolongada" se enfría a continuación; el agua y los hidrocarburos se condensan y pesan; la fase acuosa y la fase hidrocarburada, se separan, y el agua se desecha introduciéndose de nuevo el hidrocarburo en el recipiente de reacción. La relación de los productos citados, se determina por muchos factores, tales como la temperatura y la presión del recipiente de reacción.

15.

20.

25.

Se ha comprobado que el procedimiento indicado adolece de muchos inconvenientes que hacen el procedimiento en conjunto mucho menos eficiente y económicamente atractivo.

30.

Ante todo, para separar los productos de ebullición prolongada y el agua, es necesario que se enfríen y condensen. Al volver a introducir los hidrocarburos

28921920



fríos, se hace necesario añadir grandes cantidades de calor al reactor, para mantener las condiciones adecuadas de reacción.

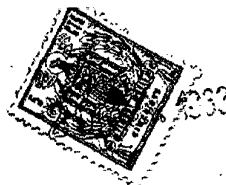
5. En segundo término, la condensación de los hidrocarburos en estado de vapor, requiere la eliminación de grandes cantidades de vapor y disponer de superficies de condensación de gran tamaño. Estos factores aumentan adicionalmente el coste del procedimiento.

10. En tercer lugar, incluso a la baja temperatura empleada en la separación del condensado hidrocarburo-agua, la separación completa del agua de la fase hidrocarburada, resulta extremadamente difícil. Esta dificultad depende de la presencia de materiales, quizá productos de reacción de superficie activa, que emulsionan una parte del agua (llamada a continuación "agua fasada" con la base hidrocarburada.

20. De acuerdo con este invento, se ha observado que las dificultades antes citadas pueden vencerse poniendo directamente en contacto los vapores de ebullición prolongada del recipiente de reacción, con la fase hidrocarburada del separador de fases, antes de su nueva incorporación al recipiente de reacción.

25. Este invento resulta especialmente importante en los procedimientos de oxidación de hidrocarburos en los que se añaden a la masa del reactor, con objeto de modificar el alcance de la reacción de oxidación, compuestos de boro tales como el ácido metabórico. Esto es cierto porque la presencia de cantidades, aún pequeñas, de agua, destruye el efecto del compuesto de boro añadido. Para una descripción completa de estas reacciones y del efecto perju-

30.



289219

dicial del agua, ver solicitud de patente norteamericana nº 85.987, presentada el 31 de enero de 1961. Puede oxidarse de acuerdo con el procedimiento y el aparato de este invento, una amplia variedad de hidrocarburos. Son

5. especialmente aplicables los hidrocarburos de peso molecular inferior, que contengan de 2 a 10 átomos de carbono por molécula, con preferencia de 3 a 8 átomos. Pueden ser compuestos cíclicos o acíclicos, tales como parafinas de cadena lineal o ramificada entre ellos butano, pentano, metilbutano, etc. Son especialmente preferidos los cicloalcanos tal como el ciclohexano.

La figura adjunta es un esquema de circulación que aclara este invento. El recipiente de partidas para la oxidación, que se carga con 308 partes de ácido meta-

15. bórico y 2.711 partes de ciclohexano, se mantiene a una temperatura de unos 330°C y a una presión manométrica de 8,4 kg/cm². Se introduce aire en el reactor 1, por la tubería 5, y se absorben unas 77 partes de O₂. Reacciona alrededor del 8% del ciclohexano, y la mezcla líquida de reacción se retira por la tubería 6. Esta mezcla de reacción se trata para recuperar el producto, de cualquier modo deseado, tal como el que se indica en la solicitud de patente citada. A través de medios 7 se suministra calor al recipiente de reacción, de un modo convencional.
20. Se mantiene una ebullición elevada, y los vapores separados del reactor a través de la conducción 8, contienen alrededor de 3.200 partes de ciclohexano, y 63 partes de agua y 254 partes de nitrógeno. Estos vapores a una temperatura de 149°C aproximadamente; se hacen pasar a la
25. torre de contacto 2, que puede ser del tipo de pulveri-
- 30.



289219

- zación o rociado, de una columna atestada, u otro aparato convencional. En la torre de contacto 2 los vapores calientes se colocan en contacto directo con ciclohexano líquido y frío de recirculación, que contiene agua fasada. Esta última corriente, que contiene alrededor de 15.000 partes de ciclohexano y unas 15 partes de agua fasada, penetra en la torre de contacto 2 a través de la conducción 9 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 el enfriamiento de los vapores restantes, (2) el caldeo del ciclohexano líquido, a unos 154°C, y (3) la separación del agua fasada de la corriente del líquido de recirculación. La corriente de ciclohexano caliente, se retira de la torre de contacto 2 por la conducción 10, y contiene alrededor de 3.000 partes de ciclohexano esencialmente libre de agua. Esta corriente se hace pasar de nuevo al recipiente de oxidación 1, donde puede someterse a la ulterior reacción. Los vapores enfriados (que contienen 1.700 partes de ciclohexano, más de 70 partes de agua y 254 partes de nitrógeno), abandonan la parte superior de la torre de contacto 2 por la tubería 13, y pasan al condensador 3 en el que se condensan prácticamente todo el ciclohexano y el agua. Los gases no condensables, por ejemplo nitrógeno, se separan por la tubería 14. Esta corriente contiene alrededor de 200 partes de vapor de ciclohexano que pueden recuperarse en una operación ulterior de lavado. Por la tubería 15, el condensado ciclohexano-agua, a una temperatura de unos 37,8°C, pasa al separador de fases 4, del fondo del cual se separan unas 63 partes de agua por



289219

la tubería 16 como fase acuosa que se desecha. Por la tubería 9, se separan unas 1.500 partes de ciclohexano que contiene agua fasada, y que se tratan como anteriormente se describe.

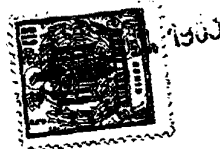
5. El ejemplo anterior es representativo de este invento solamente y no debe tomarse como definición del mismo, en cuyo espíritu y campo están comprendidas muchas modificaciones.

10. Por ejemplo, la tubería 10 de la corriente de ciclohexano, puede calentarse a fin de reducir las necesidades térmicas a través de la conducción 7.

15. La corriente de productos no-condensables, que abandona el condensador 3 por la tubería 14 puede devolverse al recipiente de reacción. Este procedimiento resulta especialmente ventajoso cuando son convenientes concentraciones de oxígeno inferiores a la del aire.

20. La temperatura, presiones y velocidades de circulación, en las distintas unidades antes descritas, pueden elegirse fácilmente por los peritos en la materia. Estas condiciones dependen de factores tales como el hidrocarburo especial sometido a reacción, la cantidad de oxígeno introducida en el recipiente de reacción, el grado de ebullición prolongada, y la eficiencia de la torre de contacto y del condensador.

25. Se comprenderá que sin separarse del espíritu de este invento pueden introducirse modificaciones y variaciones en el mismo.



N O T A 289219

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; siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA LA OXIDACION DEL HIDROCARBUROS"; caracterizándose por lo siguiente:-

5. anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental; siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España, sobre: "PROCEDIMIENTO Y APARATO PARA LA OXIDACION DEL HIDROCARBUROS"; caracterizándose por lo siguiente:-
10. 1º. Procedimiento para la oxidación de hidrocarburos, caracterizado por comprender el hacer reaccionar el hidrocarburo, con un gas que contenga oxígeno molecular, en una zona de oxidación; el retirar un efluente gaseoso que contiene hidrocarburo sin reaccionar y agua; el poner en íntimo contacto el efluente gaseoso con una corriente líquida relativamente fría de dicho hidrocarburo; el condensar una parte del hidrocarburo del efluente gaseoso, en la corriente líquida; el introducir el hidrocarburo condensado y el hidrocarburo líquido en la zona de oxidación; el condensar el hidrocarburo no condensado restante y el agua, en el efluente gaseoso; el separar el agua y el hidrocarburo condensados, y el recilar el último hidrocarburo condensado citado, en forma de la corriente líquida antes citada y relativamente fría.
15. 2º.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1ª, caracterizado porque el hidrocarburo es un cicloalcano.
- 20.
- 25.
- 30.



3^a.- Procedimiento, según reivindicación

2^a, caracterizado porque el cicloalcano es el ciclohexano.

5. 4^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1^a, caracterizado porque el hidrocarburo se hace reaccionar con el gas que contiene oxígeno, en presencia de un compuesto de boro.

10. 5^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 4^a, caracterizado porque el compuesto de boro es ácido metabórico.

6^a.- Procedimiento, según lo especificado en la reivindicación 1^a, caracterizado porque la corriente líquida relativamente fría de hidrocarburo, contiene agua fasada.

15. 7^a.- Aparato para la aplicación práctica del procedimiento anteriormente reivindicado, caracterizado, por comprender un recipiente para la reacción de oxidación; un medio de contacto, un medio de oxidación, un medio de separación del hidrocarburo-agua; un primer conducto preparado para hacer pasar vapor del recipiente de oxidación al medio de contacto; un segundo conducto dispuesto para el paso de vapor desde el medio de contacto al medio de condensación; un tercer conducto adecuado para el paso de un hidrocarburo líquido desde el medio de separación al medio de contacto; y un cuarto conducto dispuesto para el paso de un hidrocarburo líquido desde la torre de contacto al recipiente de oxidación.

20. 8^a.- Aparato, según lo especificado en la reivindicación 7^a, caracterizado, porque los conductos primero y cuarto se conectan a la parte inferior del

25.

30.



289219

medio de contacto, y los conductos segundo y tercero se conectan a la parte superior del medio de contacto.

5. 9.-Procedimiento y aparato para la oxidación de hidrocarburos; tal ybcomo queda sustancialmente descrito en la presente memoria e ilustrado en el adjunto dibujo.

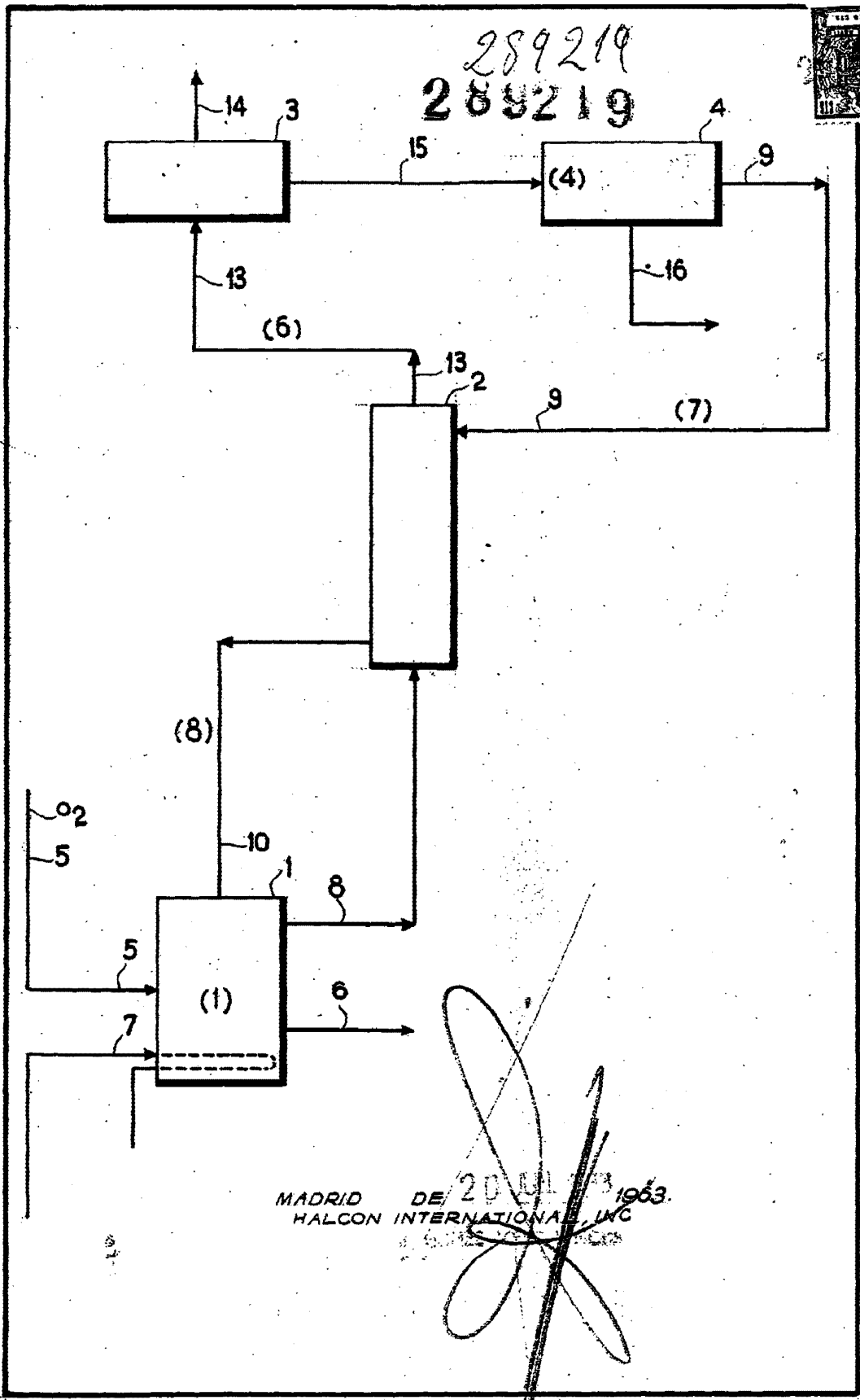
Esta memoria consta de 9 hojas escritas a máquina por una sola cara.

20 JUN 1963

Madrid,

FALCON INTERNATIONAL, INC.
J. GOMEZ ACEBO Y MOGA

289219
289219



MADRID DE 20 JUL 1963.
HALCON INTERNATIONAL, INC.