

29



324828

P - 31.487

P. 7.492 Sp.

29 MAR 1966

324828

MEMORIA DESCRIPTIVA  
 para solicitar  
 PATENTE DE INVENCION  
 en  
 E S P A Ñ A  
 por VEINTE años

a nombre de SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ  
 N.V., entidad holandesa, establecida en 30, Carel van  
 Bylandtlaan, La Haya, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE UNA MEZ-  
 CLA QUE CONTIENE HIDROCARBUROS"

=====

5 El invento se refiere a un procedimiento para  
 la separación de una mezcla que contiene hidrocarburos  
 por medio de extracción líquido-líquido con la utiliza-  
 ción de un disolvente selectivo de punto de ebullición  
 superior al de la mezcla y en que al menos un componen-  
 te de la mezcla es más fácilmente soluble y al menos otro  
 componente es menos fácilmente soluble, obteniéndose un  
 refinado y una fase de extracto, siendo separada la fase  
 de extracto en disolvente y un extracto, recuperándose  
 10 disolvente del refinado y/o del extracto por lavado de



# 324828

al menos uno de éstos por medio de un medio acuoso de lavado, tal como agua.

Se han propuesto ya diversos procedimientos para la separación de mezclas que contienen hidrocarburos, y se han utilizado para ello diversos disolventes de alto punto de ebullición, que pueden ser separados desde las corrientes de producto al menos en parte por lavado con un medio acuoso, tal como agua. Es deseable recuperar el disolvente subsiguientemente desde el medio de lavado gastado lo cual se puede efectuar por ejemplo por destilación; sin embargo esto puede suponer un gasto considerable, de manera que sería ventajoso crear un método eficaz con el cual el medio y el disolvente pudiesen ser separados de una manera diferente.

Se ha encontrado ahora que existe un tal método, a saber poner en contacto el medio en cuestión con una mezcla que contiene hidrocarburos. Así, el invento comprende un procedimiento para la separación de una mezcla que contiene hidrocarburos por medio de extracción líquido-líquido, con la utilización de un disolvente selectivo de punto de ebullición superior al de la mezcla y en que al menos un componente de la mezcla es más fácilmente soluble y al menos otro componente es menos fácilmente soluble, obteniéndose un refinado y una fase de extracto; siendo separada la fase de extracto en disolvente y un extracto, siendo recuperado disolvente desde el refinado y/o el extracto por lavado de al menos uno de éstos por medio de un agente o medio acuoso de lavado, tal como agua, en que el disolvente es separado del medio de lavado gastado poniendo en contacto este medio al menos en parte con una

29 MA



324828

mezcla que contiene hidrocarburos.

Una mezcla muy apropiada para poner en contacto el medio de lavado gastado es la alimentación entrante a ser sometida a la extracción líquido-líquido. Si se desea, se puede separar disolvente adicional desde al menos parte del medio de lavado gastado puesto en contacto, por destilación. Esta destilación es desde luego mucho más económica que lo sería destilar el medio de lavado gastado sin previa separación del disolvente por una simple operación de puesta en contacto.

Preferiblemente, el medio de lavado gastado que ha sido sometido a una operación de separación de disolvente (por puesta en contacto y si se desea adicionalmente por destilación) es hecho pasar como medio de lavado a la zona de lavado del refinado y/o a la zona de lavado del extracto.

Ventajosamente, el medio de lavado utilizado para lavar el refinado es utilizado subsiguientemente en el lavado del extracto; se puede dar también el caso inverso.

Apropiadamente, las operaciones de lavado y puesta en contacto mencionadas se llevan a cabo en contracorriente y en más de una etapa, aunque también se pueden efectuar de una manera diferente. Se prefiere efectuar la extracción líquido-líquido, el lavado del refinado, el lavado del extracto, y/o la puesta en contacto del medio de lavado gastado con una mezcla que contiene hidrocarburos con la ayuda de al menos un aparato de contacto de disco giratorio, tal como el conocido por ejemplo por la memoria de la patente británica n.º. 659.241.

29 MAR

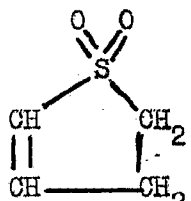


324828

Disolventes preferidos a utilizar en el procedimiento de acuerdo con el invento son los disolventes del tipo de sulfolano, es decir disolvente que consisten al menos sustancialmente en sulfolano propiamente dicho, sulfoleno, y/o uno o más derivados de sulfolano o sulfoleno, tal como se conocen por ejemplo a partir de la memoria de patente británica n.º. 625.505.

Ejemplos de tales disolventes son: 2-metilsulfolano, 2,4-dimetilsulfolano, 2,4-dimetil-4-sulfoleno, metil 3-sulfolanil éter, sulfuro de etil-3-sulfolanil, metil-aril-3-sulfolanil éter, n-aril-3-sulfolanil amina, acetato de 3 sulfolanilo y otros.

Los disolventes del tipo de sulfolano pueden se preparados condensando una diolefina conjugada con dióxido de azufre y sometiendo después el producto resultante a hidrogenación, alcoholación, hidratación y/o otras reacciones de adición o sustitución. El 2-sulfoleno, que tiene la fórmula

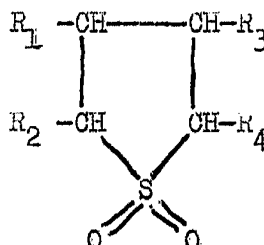


20 puede ser preparado isomerizando el producto que resulta de condensar una diolefina conjugada con dióxido de azufre.

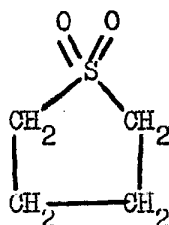
Un disolvente preferido del tipo sulfolano tiene la fórmula general:



324828



en que cada R puede ser un átomo de hidrógeno, un grupo  
 alcoholo que tiene hasta 8 átomos de carbono, un radical  
 arilo que tiene hasta 8 átomos de carbono, un radical al-  
 coxi que tiene hasta 8 átomos de carbono, un radical aril  
 5 alcoholo que tiene hasta 8 átomos de carbono o un radical  
 alcoholhidroxi que tiene hasta 8 átomos de carbono, (sien-  
 do diferente si se desea al menos un R de al menos otro  
 R). En una realización particularmente preferida, todos  
 los R son hidrógeno, siendo así el disolvente sulfolano  
 10 no sustituido, que tiene la fórmula:



Aunque la utilización de disolventes de sulfo-  
 lano es la más preferida, se pueden emplear también ven-  
 tajosamente disolventes del tipo glicol, tales como dieti-  
 lenglicol, diversos polietilenglicoles, dipropilenglicol  
 15 y mezclas de los mismos.

El presente procedimiento puede ser aplicado a  
 mezclas que tienen un margen de punto de ebullición muy ex-  
 tenso o muy estrecho. Es especialmente apropiado para se-  
 parar compuestos aromáticos en forma de componentes más fa-

29 MAR



324828

cilmente solubles, apropiadamente a partir de fracciones de hidrocarburos reformadas catalíticamente, tales como productos de hidroformado y platformado o fracciones de los mismos. Otras mezclas de partida muy apropiadas son  
5 los querosenos que tienen un margen de punto de ebullición especialmente próximo a los puntos de ebullición de los disolventes preferidos.

Al llevar a cabo el procedimiento de acuerdo con el invento, con sulfolano y una alimentación de hidrocarburos, la proporción volumétrica de los dos deberá  
10 estar apropiadamente entre 3:1 y 8:1, preferiblemente entre 4:1 y 6:1; si la recuperación del disolvente implica la devolución del producto de cabezas devuelto desde una zona de separación de disolvente a un sistema de extrac-  
15 ción, tal como es frecuentemente el caso en procedimientos líquido-líquido, la proporción de la cantidad del mismo a la cantidad de alimentación de hidrocarburo deberá estar apropiadamente entre 0,2:1 y 0,7:1, preferiblemente entre 0,3:1 y 0,5:1.

20 En la extracción líquido-líquido en contracorriente de múltiples etapas, la alimentación a la zona de extracción puede ser introducida en un punto intermedio, pero se prefiere generalmente introducirla en el extremo o al menos próximo al extremo del sistema de extracción en que la fase de extracto es retirada, ya que  
25 en este caso se logra usualmente la mejor concordancia entre la pureza del producto y la recuperación. Puntos de entrada apropiados están en los extremos de la zona de extracción o en la segunda etapa teórica, prefiriéndose  
30 la última realización ya que en este caso la pureza es

29 MAR



324828

claramente superior mientras que la recuperación disminuye solo ligeramente.

5 El invento es ilustrado más aún por medio de los dibujos, que no muestran todas las partes componentes del equipo, tales como bombas, depósitos, intercambiadores de calor, válvulas, derivaciones, respiraderos, re-hervidores, condensadores, refrigeradores y otras partes auxiliares que pueden ser apropiadas para el trabajo conveniente del procedimiento.

10 Refiriéndose a los dibujos, la realización mostrada concierne a la separación de compuestos no aromáticos empleando sulfolano como disolvente selectivo y etapas de extracción en contracorriente, lavado y contacto. Una mezcla de alimentación de hidrocarburos es introducida  
20 por una conducción 1 en una columna 3 de lavado previo, a partir de la cual una corriente de agua que tiene como máximo un contenido muy pequeño en sulfolano es separada por una conducción 5. El agua fué introducida cuando todavía contenía una cantidad sustancial de sulfolano a través de  
25 una conducción 7 a la columna 3, extrayendo selectivamente la alimentación de hidrocarburo el sulfolano desde la misma. Una mezcla de alimentación y sulfolano es separada como fracción de cabezas de la columna 3 por una conducción 8 y es hecha pasar al extremo inferior de un extractor 9, en el que circula en contacto en contracorriente con disolvente de sulfolano introducido en el extremo superior del extractor 9 por una conducción 11.

Hubiera sido desde luego también posible emplear en la columna 3 una mezcla de hidrocarburos diferente de  
30 la alimentación, o solamente parte de la alimentación, sien



# 324828

do introducido el resto directamente en el extractor 9.

La corriente de alimentación de hidrocarburos separada de su parte aromática es retirada como fracción de cabezas por una conducción 13 como refinado. Una fase  
5 de extracto que contiene una parte aromática de alimentación y una cantidad secundaria de los hidrocarburos no aromáticos, es retirada por una conducción 15 y en el caso mostrado pasa a una parte central de una columna 17 de separación, desde la cual una corriente que contiene  
10 los hidrocarburos no aromáticos es devuelta por una conducción 10 al fondo del extractor 9. La parte de la fracción de colas, que contiene sulfolano e hidrocarburos aromáticos, es hecha pasar a través de una conducción 21 a una columna 23, de recuperación a partir de la cual una  
15 fracción de cabezas que contiene hidrocarburos aromáticos y una parte secundaria de sulfolano es retirada por una conducción 25. Las fracciones de cola de sulfolano son devueltas a través de una conducción 11 a la parte superior del extractor 9. Desde luego hubiera sido posible efectuar  
20 la recuperación del disolvente desde la fase de extracto de una manera diferente, por ejemplo utilizando solo una columna de destilación, tal como se efectúa frecuentemente en procedimientos de destilación extractiva.

En el caso mostrado, el refinado de hidrocarburos no aromáticos retirado a través de una conducción  
25 13 desde el extractor 9, pasa a la parte inferior de una zona 27 de lavado de refinado, en la que es tratado en contracorriente con agua, introducida próximamente a la parte superior de la zona 27 a través de una conducción  
30 28. Los compuestos no aromáticos lavados son recuperados



29

324828

por una conducción 29, mientras que una solución de sulfolano y agua es retirada a través de una conducción 31 y devuelta a través de una conducción 7 a la columna 3 de lavado previo.

5 El extracto aromático, que contiene una parte secundaria de sulfolano, es retirado en la fracción de cabezas de la columna 23 y en el caso mostrado es hecho pasar a través de una conducción 25 a una zona 32 de lavado del extracto, en la que es puesto en contacto en contracorriente con agua introducida a través de una conducción 33. Los compuestos aromáticos lavados son recuperados a través de una conducción 35, mientras que el agua de lavado que contiene sulfolano es retirada y devuelta a la columna 3 de lavado previo, en el caso mostrado también a través de una conducción 7, pero posiblemente de forma separada. Desde luego hubiera sido también posible someter solo al refinado, o solo al extracto, a un lavado con agua y también tratar la corriente de sulfolano/agua de solamente la operación de lavado del refinado, o de solamente del lavado del extracto, en la columna 3.

10 El agua introducida por las conducciones 28 y/o 33 puede haber sido derivada de la conducción 5; otra modificación más puede implicar destilar al menos una parte del agua retirada a través de la conducción 5 y devolver solo el destilado (que tiene un contenido en sulfolano incluso más reducido) a través de la conducción 28 y/o la conducción 33. El resto, si existe, de la corriente que contiene todavía algo de disolvente de la conducción 5 puede ser introducido entonces si se desea separadamente en la columna 27 y/o la 32, preferiblemente en



324828

algún punto intermedio a través de las conducciones 36 y 37, respectivamente, o si se desea, puede ser combinado con las corrientes en las conducciones 13 y 25, respectivamente.

5 Es también posible además hacer pasar en serie el agua/sulfolano retirado a través de la conducción 31, como agua de lavado (adicional) a la zona 32 a través de la conducción 33, y/o como agua de dilución previa combinada con el extracto en la conducción 25. Esto en esencia produciría un ciclo cerrado del agua que circula en  
10 el sistema, si se utiliza agua desde la conducción 5 como medio de lavado. El caso inverso (es decir que se haga pasar agua de la columna 32 a la conducción 28 y/o 13) es desde luego también posible.

15 La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 31 de Marzo de 1.965, bajo el nº. 444.366, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

20

## N O T A

Los puntos de invención propia y nueva, que se presenten para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por veinte años, son los siguientes:

29 MA



324828

5 1.- Un procedimiento para la separación de una  
mezcla que contiene hidrocarburos por medio de una extrac-  
ción líquido-líquido con la utilización de un disolvente  
selectivo de punto de ebullición superior al de la mezcla  
y en el que al menos un componente de la mezcla es más  
facilmente soluble y al menos otro componente es menos fá-  
cilmente soluble, obteniéndose un refinado y una fase de  
extracto, siendo separada la fase extracto en disolvente  
y un extracto, siendo recuperado disolvente del refinado  
10 y/o del extracto por lavado de la menos uno de éstos por  
medio de un agente o medio de lavado acuoso, tal como  
agua, caracterizado porque se retira disolvente del me-  
dio de lavado gastado por puesta en contacto de este me-  
dio al menos en parte con una mezcla que contiene hidro-  
15 carburo.

20 2.- Un procedimiento de acuerdo con la reivin-  
dicación 1, caracterizado porque dicho medio de lavado  
gastado es puesto en contacto con al menos parte de la  
mezcla que ha de ser sometida a extracción líquido-líquido.

3.- Un procedimiento de acuerdo con las reivin-  
dicaciones 1 o 2, caracterizado porque el disolvente adi-  
cional es retirado de al menos parte del medio de lavado  
gastado puesto en contacto, por destilación.

25 4.- Un procedimiento de acuerdo con una cual-  
quiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado por-  
que el medio de lavado gastado del que se ha retirado di-  
solvente, es empleado al menos en parte para lavar el re-  
finado y/o el extracto.

30 5.- Un procedimiento de acuerdo con una cual-



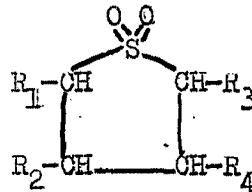
324828

quiera de las reivindicaciones 1 a 4 caracterizado porque el medio de lavado utilizado para lavar el refinado es utilizado subsiguientemente para lavar el extracto.

5 6.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la extracción líquido-líquido, el lavado del refinado, el lavado del extracto, y/o la puesta en contacto del medio de lavado gastado con la mezcla que contiene hidrocarburos, se efectúan con la ayuda de al menos un aparato  
10 de contacto de disco giratorio.

7.- Un procedimiento de acuerdo con cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 caracterizado porque el disolvente selectivo utilizado es un disolvente del tipo de sulfolano.

15 8.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 7 caracterizado porque el disolvente selectivo tiene la fórmula estructural:



20 en que  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  y  $R_4$  están seleccionados cada uno del grupo que consiste en átomos de hidrógeno, grupos alcohol que tienen hasta 8 átomos de carbono, radicales arilo que tienen hasta 8 átomos de carbono, radicales alcoxi que tienen hasta 8 átomos de carbono, radicales arilalcohol que tienen hasta 8 átomos de carbono, o radicales alcoholhidroxi que tienen hasta 8 átomos de carbono.



29

324828

9.- Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 8, caracterizado porque  $R_1$ ,  $R_2$ ,  $R_3$  y  $R_4$  son átomos de hidrógeno.

5 10.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque el disolvente selectivo es un disolvente del tipo de glicol.

10 11.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque los componentes más fácilmente solubles comprenden hidrocarburos aromáticos.

15 12.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 caracterizado porque la mezcla a separar es una fracción de hidrocarburos catalíticamente reformada.

13.- Un procedimiento de acuerdo con una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11 caracterizado porque la mezcla a separar es un queroseno.

20 14.- Un procedimiento para la separación de una mezcla que contiene hidrocarburos.

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

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

Madrid,

29 MAR 1951

P. A.

Alberto de Eizaburu  
Por Poder.

EPD/.

AM 801

ESCALA VARIABLE

8504SE

