



P.- 32.701

O-6141-M

329918

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E      D E      I N V E N C I O N

formulada el 5 de agosto de 1.966, con el número 329.918

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de UNION CARBIDE CORPORATION, entidad norteamericana, establecida en 270 Park Avenue, Nueva York, N.Y., por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR UN COMPONENTE PESADO DE VOLATILIDAD RELATIVAMENTE BAJA Y UN COMPONENTE LIGERO DE VOLATILIDAD RELATIVAMENTE ALTA DESDE UNA MEZCLA QUE COMPRENDE DICHS COMPONENTES"

---

Este invento se refiere a un método para efectuar separaciones, que tiene como una operación principal una destilación extractiva. Más particularmente, este invento concierne a un método mejorado de destilación extractiva para separar compuestos orgánicos que tienen diferentes grados de polaridad debidos a diferentes grados de insaturación o a la presencia de sustituyentes polares, tales como grupos hidroxilo, grupos carbonilo, grupos amino, grupos tio, grupos carboxilo y similares.

La destilación extractiva es una técnica bien conocida para separar mezclas que a causa de que los componentes a separar



forman un azeótropo o tienen una baja volatilidad relativa dentro de un amplio margen de composición, no son fácilmente separables por destilación fraccionada ordinaria. En la destilación extractiva un disolvente relativamente no volátil es alimentado a la columna de destilación en una cantidad suficiente para aumentar la volatilidad relativa de los componentes a separar y permitir así la separación por destilación. Ejemplos característicos de sistemas comercialmente empleados de destilación extractiva están resumidos en la tabla 1.

10

Tabla 1

Operaciones comerciales de destilación extractiva (1)

<u>Sistema</u>	<u>Disolvente</u>
HCl-H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
HNO <sub>3</sub> -H <sub>2</sub> O	H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>
Etanol-H <sub>2</sub> O	Glicerina
Buteno-butano	Acetona, furfural
Butadieno-buteno	Acetona, furfural
Isopreno-pentano	Acetona
Tolueno-Hidrocarburos parafínicos	Fenol
Acetona-metanol	H <sub>2</sub> O

15

20 (1) Reproducido de C.S. Robinson y otros, "Elements of Fractional Distillation", cuarta edición, McGraw-Hill Book Company, Inc., New York (1950) página 291.

25

Por razones de conveniencia, la siguiente descripción se dirigirá hacia la separación de una alimentación de dos componentes. Se ha de sobreentender, sin embargo, que los principios a tratar aquí son también aplicables a sistemas de alimentación multi-componentes, es decir sistemas de alimentación que contienen más de dos componentes, y que este invento no está restringido de ninguna manera a la separación de una mezcla de solamente dos componentes.

30



En general, los procedimientos de separación que emplean una destilación extractiva comprenden dos operaciones básicas. La primera operación es la operación de destilación extractiva en la que la alimentación es destilada en contacto con un disolvente que tiene una mayor afinidad para uno de los dos componentes. Normalmente, el disolvente es un compuesto polar que disuelve más fácilmente al más polar de los dos componentes de la alimentación, haciendo de esta manera al componente de alimentación más polar menos volátil que el componente de alimentación menos polar. Tal como se emplea aquí, el término "componente pesado" se refiere al componente de alimentación menos volátil, normalmente más polar, y el término "componente ligero" se refiere al componente de alimentación más volátil (menos polar), independientemente del peso molecular. Las corrientes de producto de la operación de destilación extractiva comprenden una corriente de cabezas que comprende componente ligero sustancialmente exento de disolvente y una corriente de colas que comprende una solución de componente pesado sustancialmente exento de componente ligero en el disolvente.

En la segunda operación del procedimiento convencional de destilación extractiva, citada aquí como la operación de separación de disolvente, el producto de colas de la destilación es sometido a una destilación fraccionada o rectificación para recuperar componente pesado sustancialmente exento de disolvente como fracción de cabezas y disolvente sustancialmente exento de componente pesado como un producto de colas. El disolvente es reciclado entonces a la operación de destilación extractiva y el componente pesado puede ser sometido a ulteriores técnicas de refinación si se desea.

Este invento concierne a la mejora de las condiciones de



trabajo y económicas de separaciones que emplean como una operación principal una destilación extractiva. Anteriormente, han sido proyectados y controlados procedimientos de este tipo sobre un perfil o curva característica de temperaturas, es decir los  
5 procedimientos fueron proyectados con las temperaturas, siendo, por lo tanto, la entrada de calor el factor principal del proyecto, y se llevaron a cabo o ejecutaron considerando solamente las temperaturas a lo largo del sistema. Se ha encontrado ahora que resulta una separación mejorada y más económica si los pro-  
10 cedimientos de este tipo son proyectados y conducidos sobre una curva característica de presiones, en que al menos la operación de destilación extractiva es conducida en etapas de presión reducida.

En particular, el presente invento se dirige a un procedi-  
15 miento para separar un componente pesado de volatilidad relativamente baja y un componente ligero de volatilidad relativamente alta desde una mezcla que comprende dichos componentes, que incluye someter a la mezcla a una destilación extractiva con un disolvente relativamente no volátil que tiene una mayor afinidad  
20 para dicho componente pesado que para dicho componente ligero, recuperar de dicha destilación extractiva una corriente de vapor de componente ligero sustancialmente exento de componente pesado y una corriente de líquido de una solución de componente pesado sustancialmente exento de componente ligero en dicho disolvente,  
25 utilizar dicha corriente de líquido para formar líquido de alimentación para una rectificación y recuperar de dicha rectificación una segunda corriente de vapor de componente pesado sustancialmente exento de disolvente y una segunda corriente de líquido de disolvente sustancialmente exento de componente pesa-  
30 do que es reciclada a dicha destilación extractiva. De acuerdo

6 SEP



con el invento, la destilación extractiva se efectúa en al me-  
nos dos zonas de diferente presión, siendo mantenida la zona o  
zonas que tienen la más alta concentración media en el compo-  
nente ligero, a una presión media que es mayor que la presión  
5 media de la zona o zonas que tienen una concentración media más  
baja en el componente ligero.

Las mejoras de este invento se describen de manera más  
completa seguidamente en unión con los dibujos anejos, en los  
cuales:

10 La figura 1 es un diagrama esquemático de un procedimiento  
convencional de destilación extractiva;

La figura 2 es un diagrama esquemático que ilustra una mo-  
dificación de la operación de destilación extractiva de acuerdo  
con este invento;

15 La figura 3 es un diagrama esquemático que ilustra una mo-  
dificación en la técnica de separación de disolvente de acuerdo  
con este invento; y

La figura 4 es un diagrama esquemático que ilustra la uti-  
lización de las modificaciones de este invento para purificar  
20 1,3-butadieno que contiene butenos como la impureza principal.

Con referencia a la figura 1, el método convencional para  
efectuar una destilación extractiva implica la utilización de  
una columna 1 de destilación extractiva equipada con un re-  
hervidor 3 (equipo de transferencia calorífica que produce va-  
por en el fondo) y de una columna 5 de separación o de rectifi-  
25 cación, equipada con un re-hervidor 7. La mezcla a separar es  
alimentada a través de la conducción 9 a la columna 1 de desti-  
lación extractiva, en donde es puesta en contacto con un di-  
solvente alimentado a través de la conducción 11 en la parte  
30 superior de la columna 1.



La corriente de vapor ascendente en la columna 1 es empobrecida progresivamente tanto en disolvente como en el componente menos volátil o "pesado" y, en la parte superior de la columna 1, está usualmente sustancialmente exenta de componente pesado. La corriente de líquido descendente, por otra parte, es empobrecida progresivamente en el componente más volátil o ligero, y en la parte inferior de la columna 1, está sustancialmente exenta del componente ligero.

La columna 1 puede ser considerada como compuesta de dos porciones o zonas. La primera zona o zona de absorción es la porción situada por encima del punto en que se introduce la alimentación, en la cual el "componente pesado" es disuelto en el disolvente líquido descendente o es absorbido por el mismo, y el "componente ligero" es separado del disolvente y sale por la parte superior a través de la conducción 13. La segunda zona o zona de enriquecimiento es la porción de la columna 1 de destilación extractiva por debajo del punto en que es introducida la alimentación, en la que el componente ligero es separado del disolvente por la corriente de vapor ascendente y el disolvente líquido descendente es enriquecido en el componente pesado.

La solución de componente pesado y disolvente es retirada de la columna 1 de destilación extractiva a través de la conducción 15, y una porción principal es retirada a través de la conducción 17 y es vaporizada en el re-hervidor 3 para suministrar vapores de re-ebullición a la columna 1 a través de la conducción 19. El resto de la solución de componente pesado y disolvente es alimentado a través de la conducción 21 a la columna 5 de rectificación donde el componente pesado es separado por destilación del disolvente y es separado o retirado por la

6 SEP



parte superior a través de la conducción 23. El disolvente es retirado de la columna 5 de rectificación a través de la conducción 25 y una parte del mismo es alimentada a través de la conducción 27 al re-hervidor 7 para su vaporización y retorno a la columna 5 a través de la conducción 29. El resto del disolvente es devuelto a la parte superior de la columna 1 de destilación extractiva a través de la conducción 11.

El presente invento difiere del procedimiento antes descrito esencialmente en que la operación de destilación extractiva es conducida bajo condiciones tales que la curva característica de presión es la inversa de la normalmente empleada. En una operación convencional de destilación extractiva la presión en el punto de concentración máxima en componente pesado y concentración mínima en componente ligero, normalmente la parte inferior de la columna de destilación, es mayor que la presión en el punto de concentración máxima en componente ligero y concentración mínima en componente pesado (la parte superior de la columna de destilación). Esto es, la presión media en la zona de enriquecimiento es mayor que la presión media en la zona de absorción. Se ha encontrado por este invento, sin embargo, que se lleva a cabo una mejora sustancial en la eficacia del procedimiento y en las condiciones económicas por inversión de esta curva característica de presión. Esta inversión de la presión se efectúa conduciendo la destilación extractiva en al menos dos zonas de diferente presión, en que la zona que tiene la concentración media más alta en componente ligero tiene una presión media que es mayor que la presión media en la zona que tiene la concentración más baja en componente ligero.

La figura 2 ilustra una realización para la puesta en prác-



5 tica de este concepto. En esta realización la operación de destilación extractiva es conducida en dos operaciones separadas, por ejemplo por la utilización de dos columnas, la columna absorbente o absorbedora 31, correspondiente a la zona de absorción de la columna 1 de destilación extractiva en la figura 1, y la columna enriquecedora 33, correspondiente a la zona de enriquecimiento de la columna 1 de destilación extractiva. La presión media en la columna absorbente 31 es más alta que la presión media en la columna enriquecedora 33.

10 La alimentación será introducida normalmente en este sistema aproximadamente en el punto de la destilación extractiva en el que se efectúa la separación, y usualmente en la parte inferior de la columna absorbente 31 tal como se muestra en la figura 2. Esto no es esencial para este invento, sin embargo, y, dependiendo de la proporción de componente ligero a componente pesado en la alimentación, puede ser más ventajoso introducir la alimentación en la destilación extractiva en algún otro punto en el sistema, generalmente en un punto en el que la proporción de componente ligero a componente pesado en la columna se aproxima a la proporción de la alimentación.

25 El efluente líquido de la columna absorbente 31, que contiene disolvente y componentes tanto pesados como ligeros, es retirado a través de la conducción 35, es hecho pasar a través de la válvula reductora de presión 37 y es alimentado a la parte superior de la columna enriquecedora 33 a través de la conducción 39. Los vapores de la parte superior de la columna enriquecedora 33, que comprenden disolvente más componentes pesados y ligeros, son alimentados a través de la conducción 41 al compresor 43, donde son comprimidos hasta la presión de la columna absorbente 31, y después son introducidos en la parte in-



ferior de la columna absorbente 31 a través de la conducción 45.

Las presiones específicas en las dos zonas y la diferencia de presión entre las dos zonas variarán evidentemente dependiendo de la corriente que está siendo separada y del disolvente empleado para efectuar la separación. En general, la presión media empleada en la columna absorbente 31 tendrá un valor que es suficientemente alto para proporcionar suficiente capacidad disolvente para los componentes de alimentación para hacer posible una separación económica, pero no tan alta que el poder separador del disolvente sea reducido por una excesiva concentración de alimentación en la fase líquida. La presión media óptima en la columna absorbente para la separación de butenos desde butadieno con un disolvente que consiste en una solución acuosa que contiene de 50 a 60 moles por cien de N,N-dimetilacetamida está dentro del margen entre aproximadamente 4,2 y 6,3 kg/cm<sup>2</sup> absolutos.

La diferencia de presión entre la columna absorbente 31 y la columna enriquecedora 33, igual que los valores de presión absoluta, dependerán del sistema particular empleado. Se ha encontrado, sin embargo, que los mejores resultados se obtienen cuando las presiones en la zona de absorción 31 y en la zona de enriquecimiento 33 son tales que la solubilidad del componente ligero en el disolvente ( $S_L$ ), en moles de soluto por moles de disolvente, en la columna absorbente 31 es sustancialmente igual a la solubilidad del componente pesado en el disolvente ( $S_P$ ) en la columna enriquecedora 33. Por el término "sustancialmente igual" tal como se emplea aquí, se entiende que el valor de  $S_L$  en la columna absorbente está en el margen entre 0,5 y 2 veces el valor de  $S_P$  en la columna enriquecedora. Para el sistema de buteno-butadieno-N,N-dimetilacetamida acuosa arriba



6 SEP

citado, se obtienen resultados óptimos cuando la presión media en la columna enriquecedora 33 es del 50 al 75% de la presión media en la columna absorbente 31.

La precedente caracterización de la diferencia de presión  
5 requerida está demasiado simplificada, sin embargo, ya que supone componente ligero sustancialmente puro como el soluto en la zona de absorción y componente pesado sustancialmente puro como el soluto en la zona de enriquecimiento, una situación que no existe aún cuando se esté separando una alimentación de dos compo-  
10 nentes, y es aún menos exacta en el caso de las alimentaciones multicomponentes que aparecen normalmente en la práctica industrial. Un criterio más exacto es el de que la solubilidad de toda la mezcla de solutos en el disolvente en la zona de absorción deberá ser sustancialmente igual a la solubilidad de toda  
15 la mezcla de solutos en la zona de enriquecimiento. Esta exigencia se logra generalmente cuando las temperaturas máximas y mínimas, y de esta manera las diferencias de temperaturas en cada zona, son sustancialmente las mismas.

Trabajando de acuerdo con el procedimiento del invento, la  
20 diferencia de temperatura a lo largo de la operación de destilación extractiva es hecha mínima y la temperatura máxima obtenida en esta operación es reducida. Por ejemplo, cuando el buteno es separado como el componente ligero de su mezcla con butadieno con una solución de N,N-dimetilacetamida-agua como el  
25 disolvente de acuerdo con los procedimientos de técnica anterior, la temperatura varía desde aproximadamente 40°C en la parte superior de la columna 1 en la figura 1 hasta aproximadamente 70°C en la parte inferior de la columna 1 bajo una presión media de trabajo de aproximadamente 4,2 kg/cm<sup>2</sup> absolutos. Cuando  
30 se emplea el procedimiento de este invento, sin embargo, y

la presión media en la columna enriquecedora 33 en la figura 2 es reducida a aproximadamente  $2,8 \text{ kg/cm}^2$  absolutos mientras se mantiene la presión media en la columna absorbente 31 a aproximadamente  $4,2 \text{ kg/cm}^2$  absolutos, para igualar la solubilidad del hidrocarburo enriquecido en buteno en la columna absorbente 31 y del hidrocarburo enriquecido en butadieno en la columna enriquecedora 33, las temperaturas en la columna absorbente 31 y en la columna enriquecedora 33 varían ambas desde aproximadamente  $40^{\circ}\text{C}$  a  $50^{\circ}\text{C}$ . Así, trabajando de acuerdo con este invento, la diferencia de temperatura a lo largo de toda la operación de destilación extractiva es reducida desde  $30^{\circ}\text{C}$  hasta solamente  $10^{\circ}\text{C}$  y la temperatura máxima es reducida desde  $70^{\circ}\text{C}$  hasta solamente  $50^{\circ}\text{C}$ . Esta reducción de temperatura da como resultado considerables ahorros en la cantidad de calor requerido para mantener una destilación extractiva a escala comercial. Además, la temperatura reducida reduce la velocidad de hidrólisis de la dimetilacetamida en el disolvente a ácido acético, el cual, si está presente en pequeñas cantidades, origina corrosión del equipo de tratamiento. Esto reduce también la polimerización del soluto y el ensuciamiento del equipo. Finalmente, las temperaturas más bajas mejoran la selectividad y la capacidad disolvente, llevando a cabo de esta manera una economía en servicios y equipos.

Aunque el procedimiento del invento ha sido ilustrado con solamente dos zonas diferentes, es evidente que se pueden emplear más de dos zonas. Como una guía para el número de zonas, se prefiere generalmente que la diferencia de temperatura a través de cada zona esté en el margen entre  $5$  y  $20^{\circ}\text{C}$ , y más preferiblemente entre  $8$  y  $15^{\circ}\text{C}$ . La exigencia esencial, sin embargo, es que, para cualesquiera dos zonas adyacentes en las



que un componente pesado y un componente ligero están siendo separados por destilación extractiva con un disolvente, la solubilidad del soluto en el disolvente en cada zona deberá ser sustancialmente igual a la solubilidad del soluto en el disolvente en cualquier otra zona.

El procedimiento del invento puede ser empleado ventajosamente en cualquier destilación extractiva, tal como la separación de acetileno y etileno, de butano y buteno, de buteno y butadieno, de vinilacetileno y butadieno, de estireno y etilbenceno, de benceno y ciclohexano, de butano y cloruro de vinilo, y similares. De la manera más deseable, se emplea, sin embargo, en sistemas de destilación extractiva en los que la volatilidad relativa de los componentes a separar en solución en el disolvente seleccionado es al menos de 1,5 y preferiblemente al menos de 3.

Sistemas ilustrativos son: el sistema de trans-2-buteno/1,3-butadieno/dimetilacetamida acuosa en que la volatilidad relativa de trans-2-buteno a 1,3-butadieno es aproximadamente de 1,6; el sistema de 1-buteno/1,3-butadieno/dimetilacetamida acuosa en el que la volatilidad relativa de 1-buteno a 1,3-butadieno es aproximadamente de 2; el sistema de butano/cloruro de vinilo/acetona en el que la volatilidad relativa de butano a cloruro de vinilo es aproximadamente de 2; el sistema de etilbenceno/estireno/dimetilacetamida en el que la volatilidad relativa de etilbenceno a estireno es aproximadamente de 2,5; el sistema de butano/1,3-butadieno/dimetilacetamida acuosa en el que la volatilidad relativa de butano a 1,3-butadieno es aproximadamente de 3; el sistema de 1,3-butadieno/vinilacetileno/dimetilacetamida acuosa en el que la volatilidad relativa de 1,3-butadieno a vinilacetileno es aproximadamente de 3,3; y



el sistema de etileno/acetileno/acetona en el que la volatilidad relativa de etileno a acetileno es aproximadamente de 10.

De acuerdo con una modificación preferida del invento, la curva característica de presiones decrecientes continúa a lo largo de la segunda operación, es decir, la operación de separación, del procedimiento de destilación extractiva, por la utilización de presiones en la operación de separación que están por debajo de las de la operación de destilación extractiva. Esta modificación se lleva a cabo separando una porción del componente pesado del producto de colas de la destilación extractiva por una operación de vaporización instantánea o adiabática, seguido por una separación esencialmente completa del componente pesado del disolvente por rectificación. En un aspecto particularmente preferido de esta modificación la presión total del componente pesado y del disolvente en la columna de separación es reducida por la utilización de vacío o de un vapor inerte. En el último caso, es empleado un vapor inerte que tiene una presión de vapor mayor que la presión de vapor del componente pesado para permitir (a) la compresión, enfriamiento a baja temperatura y depuración de la fracción que sale por la parte superior de la columna separadora para recuperar el componente pesado o (b) la compresión de la fracción que sale por la parte superior de la columna separadora y devolución como fracción de reebullición a la columna enriquecedora, abandonando el vapor inerte el sistema con la fracción que sale por la parte superior de la columna absorbente.

Una realización preferida para llevar a cabo esta modificación está mostrada en la figura 3, en la que el aparato empleado comprende una válvula reductora de presión 47, un vaporizador adiabático 49, y una columna 51 de separación equipada con

el re-hervidor 53.



El producto de colas de la destilación extractiva es alimentado a través de la conducción 55 a la válvula reductora de presión 47 y después al vaporizador adiabático 49 en el que una porción del componente pesado es vaporizada por evaporación instantánea a una presión de 1 atmósfera o superior. Los vapores de componente pesado sustancialmente exentos de disolvente, que son reciclados a la operación de destilación extractiva, son retirados por la parte superior a través de la conducción 57 y la fase líquida, que comprende disolvente y componente pesado, es alimentada a través de la conducción 59 a la columna separadora 51. Los vapores de producto de componente pesado, sustancialmente exentos de disolvente, son retirados por la parte superior de la columna 51 a través de la conducción 61, y pueden ser alimentados a una subsiguiente operación de refinación, si se desea. Disolvente sustancialmente exento de componente pesado es retirado de la columna 51 a través de la conducción 63 y una porción del disolvente es retirada a través de la conducción 65 y es alimentada al re-hervidor 53 en que el disolvente es vaporizado para suministrar vapores de re-ebullición a la columna 51 a través de la conducción 67. El resto del disolvente es reciclado a la operación de destilación extractiva a través de la conducción 69.

Trabajando de acuerdo con esta modificación, se efectúa una mejora en la pureza del producto y en la economía del proceso. Por ejemplo, la operación de separación adiabática permite la separación al menos parcial de componentes ligeros que no fueron separados por la destilación extractiva, reduciendo de esta manera las exigencias de refinación para la corriente de producto de la conducción 61. Esta operación, aunque es benefi-



ciosa para la separación de una alimentación de dos componentes por técnicas de destilación extractiva, es especialmente ventajosa cuando la corriente de alimentación original contiene más de dos componentes, tal como la recuperada de la conversión de butano o buteno en butadieno. Cuando corrientes de alimentación de esta naturaleza han de ser separadas, es impracticable efectuar la destilación extractiva bajo condiciones tales que todos los componentes indeseables sean separados de los componentes deseados. Así, cuando el componente pesado de la destilación extractiva es deseado en una forma altamente purificada es siempre necesario someter a la fracción que sale por la parte superior de la operación de separación de disolvente a una operación final de refinación. La separación de al menos una porción de los componentes más ligeros por la operación de separación adiabática reduce la carga sobre dicha operación de refinación.

Además de proporcionar un producto que sale por la parte superior de la columna 51, más puro, la utilización de la operación de separación adiabática contribuye a una separación más económica reduciendo la carga de calor requerida para la destilación en la columna 51 reduciendo la cantidad de soluto en el disolvente sometido a la destilación. Además, la cantidad arrastrada de disolvente con el componente pesado es reducida y su pérdida o coste de recuperación son hechos mínimos.

Para obtener estas ventajas las condiciones de la separación adiabática deberán ser tales que sea vaporizado al menos 10% y preferiblemente al menos 80%, pero generalmente no más de 90%, del soluto presente en la corriente de disolvente de la destilación extractiva. Las condiciones reales de la vaporización instantánea variarán evidentemente dependiendo del sistema empleado. Como un ejemplo ilustrativo, sin embargo, si la co-

6 SEP



rriente de la conducción 55 comprende 16,5 moles % de hidrocarburo soluto (93,0 moles % de butadieno, 3,8 moles % de vinilacetileno, 2,7 moles % de metilacetileno y 0,5 moles % de buteno) y 83,5 moles % de una solución de 42 moles % de agua / 58  
5 moles % de solución de dimetilacetamida como disolvente a 65°C y 3.300 mm/Hg, aproximadamente el 30% del soluto hidrocarbonado es vaporizado por vaporización instantánea de forma adiabática a 2300 mm de Hg, y aproximadamente el 50% del soluto hidrocarbonado es vaporizado por evaporación instantánea a 1300 mm Hg.

10 Se obtiene una importante ventaja económica adicional intercambiando calor entre el efluente de disolvente del componente pesado procedente de la destilación extractiva y el disolvente de reciclación exento de componente pesado procedente de la columna 51 de destilación. Este intercambio de calor se  
15 efectúa preferiblemente después de la operación de separación adiabática, tal como se indica por el intercambiador de calor 71 en la figura 3. Trabajando de esta manera se hace mínima además la carga de calor en la columna 51 haciendo una utilización máxima del calor contenido en el disolvente para calentar  
20 la corriente de componente pesado y disolvente que tiene una baja concentración en componente pesado.

En el segundo aspecto de esta modificación, se elimina el re-hervidor 53 de la columna 51 y, en lugar de ello, un gas inerte ligero es alimentado en la parte inferior de la columna  
25 51 a través de la conducción 73, o la destilación de separación se efectúa bajo vacío, reduciendo de esta manera la presión parcial de la mezcla de soluto y disolvente. La utilización de gas inerte o de vacío de esta manera para reducir la presión parcial del componente pesado deseado, es una nueva realización  
30 del concepto de que una curva característica de presiones en



vez de una curva característica de temperaturas es una forma más económica de ejecutar una destilación extractiva. Gases apropiados incluyen hidrógeno, nitrógeno, e hidrocarburos parafínicos de hasta aproximadamente 6 átomos de carbono. La cantidad del gas inerte o el grado de vacío es preferiblemente al menos la cantidad necesaria para reducir la presión parcial del componente pesado en la columna 5l hasta un nivel en el que no se necesita suministrar calor adicional para separar el componente pesado del disolvente. Entra también dentro del alcance de este invento, sin embargo, el hecho de que se pueda emplear una combinación de vacío, de vapores de re-ebullición y de gas inerte en unión con la columna 5l.

Todavía una nueva modificación del procedimiento de este invento implica la selección de los vapores de re-ebullición para la destilación extractiva. En el procedimiento convencional de destilación extractiva los vapores de re-ebullición se obtienen por la vaporización térmica de una porción del producto de colas de la destilación extractiva, y los vapores de re-ebullición contienen una cantidad considerable de disolvente. A causa de que el producto de colas es predominantemente (generalmente al menos en 80 moles %) disolvente relativamente no volátil, se requiere una gran cantidad de calor para suministrar esta fracción de re-ebullición, particularmente si el disolvente es un medio acuoso u otro medio que tenga un alto calor sensible. La modificación final del procedimiento de este invento considera la eliminación al menos parcial de esta carga de calor empleando como vapores de re-ebullición para la destilación extractiva, una corriente de vapor rica en componente pesado sustancialmente exenta de disolvente, que puede ser obtenida de cualquiera de las corrientes de la parte superior o de



la parte inferior recuperadas de la destilación extractiva. Dos manantiales para los vapores de re-ebullición han sido ya descritos con referencia a las etapas de separación de disolvente que se conducen de acuerdo con este invento; a saber la operación de separación adiabática y la operación de rectificación. El manantial final considera la utilización de una corriente de vapor obtenida de alguna técnica de refinación aguas abajo que sea necesaria para la ulterior purificación del componente ligero y/o del componente pesado separado por la destilación extractiva.

Es axiomático que el proyecto de un esquema de refinación esté determinado sobre la base del método más económico para obtener la pureza deseada del producto. Es decir, que la sucesión en la cual las impurezas son separadas del producto principal y la técnica particular empleada para cada separación estén relacionadas entre sí para lograr la deseada pureza del producto de la manera menos cara. Así, una separación específica es situada en un esquema de refinación de manera que se separen de la manera más económica uno o varios contaminantes específicos desde el producto principal, dejando otras impurezas en el producto principal que son separadas más económicamente en alguna operación posterior. Similarmente, una técnica dada, tal como la destilación extractiva, es empleada para efectuar una separación específica cuando otras técnicas, tales como destilación, adsorción, extracción y similares, no pueden efectuar la separación deseada de una manera tan económica.

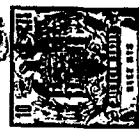
Un tercer manantial de vapores de re-ebullición considera la utilización de destilación extractiva para purificar al menos parcialmente un producto principal crudo seguido por una subsiguiente refinación de al menos una de las corrientes, ya sea de



vapor o líquido, recuperada de la destilación extractiva, que produce una corriente exenta de disolvente enriquecida en el componente pesado, y la reciclación de al menos una porción de esta corriente enriquecida en componente pesado a la destilación  
5 extractiva como vapores de re-ebullición.

Como una ilustración, la corriente de vapor que sale por la parte superior de la separación de butenos desde butadieno puede contener algo de butadieno. Si se desean butenos puros esta corriente debe ser nuevamente refinada por separación de una co-  
10 rriente rica en butadieno. Normalmente, esta corriente habría de ser reciclada a la destilación extractiva en mezcla con la alimentación. De acuerdo con este invento, esta corriente es alimentada a la destilación extractiva en forma de vapores de re-ebullición.

15 En un aspecto más particular, este tercer manantial de vapores de re-ebullición concierne a un esquema de refinación en el que el producto principal es un componente pesado crudo contaminado con un componente ligero y un tercer componente, en el que el componente ligero, pero no el tercer componente, es se-  
20 parado por una destilación extractiva, y el tercer componente es separado por subsiguiente refinación de la corriente de componente pesado. En este contexto, los términos "impureza principal" o "contaminante principal" abarcan el contaminante o impureza o grupo de contaminantes o impurezas que se intenta se-  
25 parar, al menos en parte, del producto principal por una destilación extractiva, y los términos "impureza secundaria" o "contaminante secundario" abarcan la impureza o contaminante o grupo de impurezas o contaminantes que han de ser separados del  
30 ción.



Este sistema de componente pesado crudo/contaminante principal ligero/tercer contaminante secundario está ilustrado por butadieno crudo contaminado con aproximadamente 15% de butano y butenos combinados y aproximadamente 1 a 2% de cada uno de los compuestos metilacetileno y vinilacetileno y por emplear una destilación extractiva para separar tanto el butano como los butenos del butadieno. En este sistema, ya que tanto el butano como los butenos pueden ser separados de manera económica en la misma destilación extractiva, su mezcla se considera que es el "contaminante principal". Cuando la destilación extractiva se lleva a cabo con la eficacia máxima para la separación de butano y butenos desde el butadieno, ni el vinilacetileno ni el metilacetileno son separados en ningún grado sustancial, y la fracción de butadieno que sale por la parte superior de la rectificación en la etapa de separación de disolvente contiene aproximadamente 2% de cada uno de estos compuestos. Para obtener butadieno de calidad de polímero, estos materiales deben ser separados por técnicas apropiadas, tales como destilación extractiva, destilación, extracción, absorción, reacción selectiva y similares. Por ejemplo, el butadieno puede ser sometido a un primer fraccionamiento de refinación en el que se obtiene una fracción de vapor que sale por la parte superior y que contiene esencialmente todo el metil-acetileno alimentado al primer fraccionamiento de refinación. Además, esta fracción que sale por la parte superior comprende aproximadamente 70-80% de butadieno, que es reciclado de manera deseable para recuperar el butadieno. De acuerdo con este invento, la corriente de vapor es reciclada a la destilación extractiva para proporcionar vapores de re-ebullición para esta operación. En este ejemplo específico se prefiere separar el



metilacetileno, por ejemplo por hidrogenación a propileno, por destilación extractiva o por otros medios, antes de reciclar a la destilación extractiva, y esto asegura que la destilación extractiva trabaje con la máxima eficacia para la separación  
5 de buteno-butadieno.

El producto de colas de este primer fraccionamiento de refinación comprende butadieno y esencialmente todo el vinilacetileno alimentado al primer fraccionamiento de refinación, y así debe ser sometido generalmente a un segundo fraccionamiento  
10 de refinación en el que se recoge por la parte superior un producto de butadieno purificado. El producto que sale por la parte inferior, que contiene aproximadamente 70 % de butadieno contiene también esencialmente todo el vinilacetileno alimentado al segundo fraccionamiento de refinación e, igual que el  
15 metilacetileno que sale por la parte superior del primer fraccionamiento, es reciclado a la destilación extractiva como vapores de re-ebullición. También, como en el caso de la corriente de metilacetileno, esta corriente es tratada preferiblemente para separar vinilacetileno, por ejemplo por hidrogenación a  
20 butadieno, antes de reciclar a la destilación extractiva.

El precedente esquema no está limitado a la situación en la que el producto principal es el componente pesado, sino que puede ser aplicado también de manera ventajosa a un sistema en que el producto principal es el componente ligero. Como ilustración, supóngase una corriente de butadieno que contiene vinilacetileno como un contaminante. En este caso el producto principal, butadieno, es el componente ligero y la impureza, vinilacetileno, es el componente pesado. La corriente que sale por la parte superior puede contener algo de vinilacetileno,  
25 que puede ser separado por fraccionamiento de la fracción que  
30



sale por la parte superior para suministrar vapores de butadieno puro y una corriente de líquido que contiene todo el vinilacetileno alimentado al fraccionamiento, así como algo de butadieno. Esta corriente enriquecida en componente pesado es entonces vaporizada y alimentada a la destilación extractiva como vapores de re-ebullición. La fracción de colas de la destilación extractiva, que comprende vinilacetileno y disolvente, es separada y una porción del vinilacetileno exento de disolvente es también reciclada como vapores de re-ebullición.

10 La utilización combinada de destilación extractiva para la separación de la impureza principal, seguido por subsiguiente técnicas de refinación para separar impurezas secundarias con reciclación de diversas corrientes de salida de las subsiguientes técnicas de refinación logra diversas ventajas importantes, particularmente en la purificación de corrientes multicomponentes, entre ellas una reducción de la carga de calor en la destilación extractiva y la recuperación de producto deseable. Además, permite que cada separación trabaje con la máxima eficacia.

20 Tal como se ve fácilmente, las composiciones de las corrientes de re-ebullición de estos diversos manantiales variarán considerablemente. Aunque éstas pueden ser combinadas antes de su retorno, o todas ellas pueden ser alimentadas a un punto común en la destilación extractiva, se prefiere que cada corriente sea alimentada a la columna de destilación extractiva en el punto en que la composición de cada corriente de vapor de re-ebullición se aproxime más a la composición del vapor en la columna. Así, la corriente de vapor de la columna separadora adiabática, que es de características ligeras, será alimentada a la destilación extractiva en un punto relativamente alto, mientras que la corriente de vapor más pesada de la operación de rectifi-



cación en la etapa de separación de disolvente será normalmente la corriente más pesada y es alimentada a la parte inferior de la destilación extractiva. Los vapores de subsiguientes operaciones de refinación serán alimentados ordinariamente a un punto 5 intermedio entre los puntos de alimentación para los vapores de la separación adiabática y de la rectificación.

La cantidad total de vapores de re-ebullición suministrados a la operación de destilación extractiva desde uno o varios de estos manantiales variará, dependiendo de la corriente de ali- 10 mentación a separar, del disolvente empleado y del grado deseado de separación. En general, la cantidad total de suministros de componente pesado a la destilación extractiva como vapores de re-ebullición, deberá ser mantenida entre 0,5 y 0,9 moles por 15 retirada de la misma. Para la separación de butenos desde butadieno con N,N-dimetilacetamida acuosa como disolvente para obtener menos de aproximadamente 0,5 moles % de butenos, basado sobre el butadieno, en el producto de que sale por la parte inferior de la destilación extractiva, la cantidad total de soluto 20 exento de disolvente empleado como fracción de re-ebullición deberá ser al menos de 70 moles por %, y preferiblemente de 80 a 85 moles %, de la cantidad de soluto presente en la fracción de que sale por la parte inferior de la destilación extractiva.

25 La figura 4 es una ilustración de una realización preferida del procedimiento de este invento para la purificación de un 1,3-butadieno crudo que contiene butenos como la impureza principal, junto con pequeñas cantidades de otros hidrocarburos, incluyendo hidrocarburos  $C_3$ , butano, metilacetileno, y vinilace- 30 tileno como la impureza secundaria.



El aparato empleado comprende esencialmente la columna absorbente 75, la válvula reductora de presión 77, el compresor 79, la columna enriquecedora 81, la columna separadora adiabática 83, el intercambiador de calor 85, la columna de rectificación separadora 87 equipada con el re-hervidor 89 y el serpentín de refrigeración 91, la primera columna de refinación 93, la segunda columna de refinación 95, la bomba 97 y los compresores 99, 101, 103 y 105. Butadieno crudo es alimentado a través de la conducción 107 a la parte inferior de la columna absorbente 75, que está a una presión media entre 4,2 y 6,3 kg/cm<sup>2</sup> absolutos. El disolvente, una solución de agua y N,N-dimetilacetamida, es alimentado a la parte superior de la columna absorbente 75 a través de la conducción 109. Una primera corriente de vapor que comprende predominantemente butenos, con algo de hidrocarburos C<sub>3</sub>, buteno y butadieno, es recogida por la parte superior de la columna absorbente 75 a través de la conducción 111. Una corriente de líquido que contiene disolvente y los hidrocarburos alimentados es retirada de la parte inferior de la columna absorbente 75 y es alimentada a través de la conducción 113, de la válvula reductora de presión 77, en la que la presión es reducida en un 50 a 75%, es decir entre 2,1 y 4,8 kg/cm<sup>2</sup> absolutos y después a través de la conducción 115 a la parte superior de la columna enriquecedora 81. Una corriente de vapor que comprende disolvente e hidrocarburos es retirada de la parte superior de la columna enriquecedora 81 a través de la conducción 117, es alimentada al compresor 79 y después a través de la conducción 119 a la parte inferior de la columna absorbente 75. Una fase líquida, que comprende disolvente, butadieno, y pequeñas cantidades de hidrocarburos C<sub>3</sub>, buteno y vinilacetileno, es retirada de la parte



inferior de la columna enriquecedora 81 a través de la conducción 121 y es alimentada al vaporizador adiabático 83, en el cual la corriente de líquido es evaporada instantáneamente por reducción de la presión desde aproximadamente  $2,1 \text{ kg/cm}^2$  absolutos hasta ligeramente por encima de la presión atmosférica. Una corriente de vapor que sale por la parte superior y que comprende butadieno ligeramente enriquecido en hidrocarburos  $C_3$  y butenos es recogida por la parte superior a través de la conducción 123, es comprimida en el compresor 99 y es devuelta a la parte inferior de la columna enriquecedora 81 como vapores de re-ebullición a través de la conducción 125. Una corriente de líquido que comprende esencialmente butadieno y disolvente es retirada del vaporizador 83 a través de la conducción 126 y es hecha pasar a través del intercambiador de calor 85, donde es calentada por contacto con disolvente caliente de la columna de rectificación separadora 87. La solución de butadieno-disolvente templada o moderadamente caliente es alimentada entonces a través de la conducción 127 a la columna 87, que funciona aproximadamente a la presión, o por debajo de ella, del vaporizador adiabático 83, pero ligeramente por encima de la presión atmosférica. El serpentín refrigerador 91 es empleado en la parte superior de la columna 87 para poner en reflujo cualquier cantidad de agua separada del disolvente. Este reflujo evita la pérdida de disolvente con el butadieno separado. Una corriente de vapor que comprende butadieno purificado sustancialmente exento de disolvente, es retirada de la parte superior de la columna 87 a través de la conducción 129. Una porción de la corriente de butadieno es retirada a través de la conducción 131, es comprimida en el compresor 101 y es alimentada a través de la conducción 133 a la columna enriquecedora 81. El resto de



los vapores de butadieno es retirado a través de la conducción 135 hacia la primera columna de refinación 93. Disolvente sustancialmente exento de butadieno es retirado de la parte inferior de la columna 87 a través de la conducción 137 , y una porción es alimentada a través de la conducción 139 al re-hervidor 89 y es devuelta a la columna 87 como vapores de re-ebullición a través de la conducción 141. El resto del disolvente es alimentado a través de la conducción 143 a la bomba 97 y después a través de la conducción 145 al intercambiador de calor 85 en el que el disolvente caliente es enfriado por contacto con solución fría de butadieno y disolvente. El disolvente enfriado es devuelto entonces a la parte superior de la columna absorbente 75 a través de la conducción 109.

Los vapores de butadieno alimentados a la primera columna de refinación 93, que contienen metilacetileno y vinilacetileno como las impurezas principales, son destilados, y una corriente de vapor que contiene esencialmente todo el metilacetileno alimentado en la columna 93 es retirada a través de la conducción 147. Después de un tratamiento para reducir la concentración en metilacetileno por medios apropiados, no mostrados, tales como hidrogenación, los vapores son alimentados al compresor 105 y después a través de la conducción 149 a la columna enriquecedora 81. El producto que sale por la parte inferior de la primera columna de refinación 93 es retirado a través de la conducción 151 y después es alimentado a la segunda columna de refinación 95. El butadieno producto es retirado por la parte superior de la columna 95 a través de la conducción 153 y una corriente de líquido, que contiene esencialmente todo el vinilacetileno presente en la corriente 135, es retirada a través de la conducción 155. Después de tratamiento para separar vi-



nilacetileno por medios no mostrados y de vaporización, esta corriente es alimentada al compresor 103 y después a través de la conducción 157 a la columna enriquecedora 81.

La cantidad total de butadieno alimentado a la columna  
5 enriquecedora 81 a través de las conducciones 125, 133, 149 y 157 es de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 0,9 moles por cada mol de butadieno retirado de la columna enriquecedora 81 a través de la conducción 121.

El procedimiento de este invento, tal como se describe an-  
10 teriormente, puede trabajar con otras nuevas variaciones, si se desea. Por ejemplo, los efluentes de vapor de la destilación extractiva y del separador del disolvente contendrán algo de disolvente. Así, para recuperar el disolvente es generalmente deseable lavar el efluente de vapor o condensar parcialmente la  
15 fracción que sale por la parte superior para su reflujo por encima del punto en que la corriente que contiene disolvente es alimentada en la columna. Además, cada una de las operaciones de tratamiento conducidas en columnas individuales tal como se muestra en la figura 4, puede ser conducida en más de una co-  
20 lumna en serie.

Aunque este invento ha sido descrito con referencia parti-  
cular a la purificación de butadieno que contiene butenos como la impureza principal, empleando N,N-dimetilacetamida como di-  
solvente, puede ser aplicado a una amplia variedad de separacio-  
25 nes. Por ejemplo, es de aplicabilidad general a la separación de corrientes de hidrocarburos que contienen dos compuestos diferentes que tienen grados diferentes de insaturación. En sistemas de esta naturaleza, el compuesto más saturado es el componente ligero y el compuesto menos saturado es el componente pe-  
30 sado. En el caso de isómeros que tienen tipos diferentes de in-



saturación, por ejemplo un compuesto acetilénico y una diolefina, el compuesto acetilénico es más polar y, así, es el componente pesado. Hidrocarburos apropiados incluyen compuestos hidrocarbonados alifáticos, incluyendo los cicloalifáticos, y aromáticos hasta de aproximadamente 10 átomos de carbono. Corrientes de alimentación de hidrocarburos que son separadas ventajosamente por las técnicas de este invento están resumidas en la tabla 2.

Tabla 2

	<u>Componente ligero</u>	<u>Componente pesado</u>
10	Etileno	Acetileno
	Propano	Propileno
	Propileno	Aleno
	Aleno	Metilacetileno
	Buteno	Butadieno
15	Butadieno	Vinilacetileno
	Penteno	Isopreno
	Etilbenceno	Estireno
	Ciclohexano	Benceno
	Parafinas C <sub>7</sub> -C <sub>9</sub>	Benceno, tolueno o xileno.

Disolventes que son útiles para efectuar separaciones de hidrocarburos de este tipo incluyen cetonas saturadas hasta de aproximadamente 5 átomos de carbono, tales como acetona, metiletilcetona y similares; N,N-dimetilamidas saturadas hasta de aproximadamente 5 átomos de carbono tales como N,N-dimetilformamida, N,N-dimetilacetamida y similares; nitrilos saturados hasta de aproximadamente 5 átomos de carbono tales como acetonitrilo y similares; di-beta-cloroetil éter; sulfolano; polietilén glicoles que contienen de 2 a 4 unidades etileno-oxi de la fórmula HO-(-CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>O-)<sub>x</sub>-H en la que x es un número entero que tiene un valor entre 2 y 4, por ejemplo trietilen glicol; y similares. En general, las cetonas, amidas, nitrilos y di-cloro-iso-



propil éteres son disolventes preferidos para separar compuestos basados en grados diferentes de insaturación alifática, mientras que el sulfolano y los polietilen glicoles son disolventes preferidos para separar compuestos aromáticos de alifáticos.

5 El procedimiento de este invento es también de aplicabilidad particular en la purificación de cloruro de vinilo contaminado con hidrocarburos  $C_4$  tales como butano, butenos, butadieno, y similares. En este caso, es el cloruro de vinilo el que es el componente pesado. Disolventes apropiados para efectuar esta  
10 separación son las cetonas y amidas saturadas antes descritas, así como alcoholes saturados de hasta aproximadamente 5 átomos de carbono, tales como metanol, etanol y similares.

En todos los sistemas antes descritos, el disolvente ya citado puede ser empleado solo, o como una solución acuosa, que  
15 contiene hasta aproximadamente 80 moles % de agua y 20 moles % de disolvente, tal como se ha ilustrado con detalle con el sistema disolvente de N,N-dimetilacetamida acuosa.

Los siguientes ejemplos son más aún ilustrativos de la aplicación de los principios de este invento.

20 Ejemplo 1

Este ejemplo es ilustrativo de un procedimiento de purificación de butadieno a escala comercial conducido de acuerdo con el sistema mostrado en la figura 2.

Alimentación

25 Composición:

Hidrocarburos $C_3$ , moles %	1,6
n-butano, moles %	1,8
butenos, moles %	16,1
vinilacetileno, moles %	1,9
1,3-butadieno, moles %	78,6
30 Velocidad de alimentación. mol. kg/hora	45,5



Disolvente

Composición:

	N,N-dimetilacetamida, moles %	70
	Agua, moles %	30
5	Velocidad de alimentación, mol. kg./hora	588

Fracción que sale por la parte superior de la columna absorbente:

Composición:

	Hidrocarburos C <sub>3</sub> , moles %	2,94
	n-butano, moles %	10,50
	butenos, moles %	82,00
10	1,3-butadieno, moles %	4,56
	Velocidad de circulación, mol kg./hora	7,82

Fracción que sale por la parte superior de la columna separadora

de disolvente

Composición:

15	Hidrocarburos C <sub>3</sub> , moles %	1,33
	n-butano, moles %	-
	butenos, moles %	2,37
	vinilacetileno, moles %	2,30
	1,3-butadieno, moles %	94,00
	Velocidad de circulación, mol kg./hora	36,6

20 Presiones:

Columna absorbente:

	Parte superior, kg/cm <sup>2</sup> abs.	5,62
	Parte inferior, kg/cm <sup>2</sup> abs.	5,98

Columna enriquecedora:

	Parte superior, kg/cm <sup>2</sup> abs.	2,81
25	Parte inferior, kg/cm <sup>2</sup> abs.	3,16

Columna separadora de disolvente:

	Parte superior, kg/cm <sup>2</sup> abs.	1,41
	Parte inferior, kg/cm <sup>2</sup> abs.	1,76



Temperaturas:

	Columna absorbente:	
	Parte superior, °C	40
	Parte inferior, °C	50
	Columna enriquecedora:	
5	Parte superior, °C	40
	Parte inferior, °C	50
	Columna separadora de disolvente:	
	Parte superior, °C	100
	Parte inferior, °C	148

Ejemplo 2

10       Este ejemplo es ilustrativo de un procedimiento de purificación de butadieno a escala comercial conducido de acuerdo con el sistema mostrado en las figuras 2 y 3.

Alimentación:

	Composición:	
15	Hidrocarburos C <sub>3</sub> , moles %	4,6
	n-butano, moles %	13,0
	butenos, moles %	26,3
	1,2-butadieno, moles %	0,7
	vinilacetileno, moles %	1,6
	1,3-butadieno, moles %	53,8
	Velocidad de alimentación, mol kg./hora	58,8

20

Disolvente:

	Composición:	
	N,N-dimetilacetamida, moles %	50
	Agua, moles %	50
	Velocidad de alimentación, mol kg/hora	726

25

Fracción que sale por la parte superior de la columna de destilación extractiva

	Composición:	
	Hidrocarburos C <sub>3</sub> , moles %	6,0
	n-butano, moles %	31,6
	butenos, moles %	61,0
	1,3-butadieno, moles %	1,3
30	Velocidad de circulación, mol kg/hora	24,1



Fracción que sale por la parte inferior de la columna de destilación extractiva

Composición:

	N,N-dimetilacetamida, moles %		41,3
5	Agua, moles %		41,3
	Hidrocarburos, moles %		17,3
	Hidrocarburos C <sub>3</sub> , moles %	3,5	
	Butano, moles %	-	
	Butenos, moles %	2,0	
	Vinilacetileno, moles %	2,7	
	1,2-butadieno, moles %	1,1	
10	1,3-butadieno, moles %	90,5	
	Velocidad de circulación, mol kg/hora		878

Vapor del separador adiabático

Composición:

	N,N-dimetilacetamida, moles %		0,3
	Agua, moles %		4,8
15	Hidrocarburos, moles %		94,9
	Velocidad de circulación, mol kg/hora		114,4

Líquido del separador adiabático

Composición:

	N,N-dimetilacetamida, moles %		47,4
	Agua, moles %		46,8
20	Hidrocarburos, moles %		5,8
	Velocidad de circulación, mol kg/hora		764

Reciclación de vapor al separador

Composición:

	N,N-dimetilacetamida, moles %		0
	Agua, moles %		0
25	Hidrocarburos, moles %		100
	Velocidad de circulación, mol kg/hora		9,6
	Velocidad total de reciclación de hidrocarburos, mol kg/hora		118

Producto del separador de disolvente

6 SEP. 1965



Composición:

	Hidrocarburos C <sub>3</sub> , moles %	3,5
	Butano, moles %	-
	Butenos, moles %	2,0
5	Vinilacetileno, moles %	2,7
	1,2-butadieno, moles %	1,1
	1,3-butadieno, moles %	90,5
	Velocidad de circulación, mol kg/hora	34,2

Presiones

	Columna de destilación extractiva	
10	Parte superior, kg/cm <sup>2</sup> abs.	5,27
	Parte inferior, kg/cm <sup>2</sup> abs.	5,98
	Separador adiabático, kg/cm <sup>2</sup> . abs.	1,41
	Separador de disolvente	
	Parte superior, kg/cm <sup>2</sup> abs.	1,41
	Parte inferior, kg/cm <sup>2</sup> abs.	1,76

15 Temperaturas:

	Columna de destilación extractiva	
	Parte superior, °C	46
	Parte inferior, °C	62
	Separador adiabático, °C	52
	Separador de disolvente	
	parte superior °C	106
20	parte inferior, °C	129

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el día 6 de Agosto de 1.965, bajo el N<sup>o</sup> 477.721, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

25



- N O T A -

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

10            1.- Un procedimiento para separar un componente pesado de volatilidad relativamente baja y un componente ligero de volatili-  
15            dad relativamente alta desde una mezcla que comprende dichos componentes, que incluye someter a la mezcla a una destilación extractiva con un disolvente relativamente no volátil que tiene una mayor afinidad para dicho componente pesado que para dicho  
20            componente ligero, recuperar de dicha destilación extractiva una corriente de vapor de componente ligero sustancialmente  
25            exento de componente pesado y una corriente de líquido de una solución de componente pesado sustancialmente exento de compo-  
             nente ligero en dicho disolvente, utilizando dicha corriente de líquido para formar líquido de alimentación para una rectifi-  
             cación y recuperar de dicha rectificación una segunda corriente de vapor de componente pesado sustancialmente exento de disol-  
             vente y una segunda corriente de líquido de disolvente sustan-  
             cialmente exento de componente pesado que es reciclada a dicha destilación extractiva, caracterizado porque la destilación ex-  
             tractiva se efectúa en al menos dos zonas de diferente presión,  
             siendo mantenida la zona o zonas que tienen la concentración media más alta de componente ligero a una presión media que es mayor que la presión media de la zona o zonas que tienen una concentración media más baja en el componente ligero.

30            2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracteri-



zado porque las presiones de dichas zonas son mantenidas en magnitudes tales que la solubilidad del soluto en el disolvente, en moles de soluto por mol de disolvente, en la zona de presión más alta es sustancialmente igual a la solubilidad del soluto en el disolvente en la zona de presión más baja.

3.- Un procedimiento según las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque las presiones de dichas zonas son mantenidas en magnitudes tales que las temperaturas máxima y mínima de la zona de presión más alta son sustancialmente iguales a las temperaturas máxima y mínima en la zona de presión más baja.

4.- Un procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la diferencia de temperatura en cada zona es mantenida en el margen de 5°C a 20°C.

5.- Un procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque la corriente de líquido recuperada de la destilación extractiva es sometida a una vaporización adiabática por disminución de la presión con lo que al menos 10 moles % del soluto en dicha solución son vaporizados para formar una corriente de vapor de componente pesado sustancialmente exento de disolvente, del cual al menos una porción es reciclada al líquido de reebullición de la destilación extractiva, y una corriente de líquido de una solución de dicho componente pesado en dicho disolvente, que es suministrada como líquido de alimentación a la rectificación.

6.- Un procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque también una porción de la corriente de vapor de componente pesado sustancialmente exento de disolvente recuperada de la rectificación es reciclada a la destilación extractiva como líquido de re-ebullición.

7.- Un procedimiento según las reivindicaciones 5 ó 6, ca-



racterizado porque la rectificación es conducida bajo condiciones tales que la presión total media de los vapores de soluto y disolvente está por debajo de la presión a la que se efectúa la vaporización adiabática.

5           8.- Un procedimiento según las reivindicaciones 5, 6 ó 7, caracterizado porque a la rectificación se suministran vapores de reebullición que consisten al menos en parte en un gas inerte que tiene una presión de vapor más alta que la de dicho componente pesado.

10           9.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 5 a 8, caracterizado porque la corriente de líquido recuperada de la rectificación, antes de ser reciclada a la destilación extractiva, es puesta en relación de intercambio de calor con la corriente de líquido que es hecha pasar desde la  
15 vaporización adiabática a la rectificación.

          10.- Un procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones en el que el componente ligero constituye una impureza principal y un tercer componente adicionalmente presente en la mezcla constituye una impureza secundaria, de am-  
20 bos de los cuales ha de ser separado el componente pesado, caracterizado porque la corriente de vapor que es recuperada de la rectificación, y que contiene dicho tercer componente junto con el componente pesado exento de disolvente, es rectificada para proporcionar una corriente de líquido de componente pesado sustancialmente exento de tercer componente y una corriente de vapor  
25 de componente pesado y tercer componente, siendo tratada dicha corriente de vapor para reducir la concentración de dicho tercer componente en la misma y siendo reciclada después de esto a la destilación extractiva como vapores de re-ebullición.

30           11.- Un procedimiento según una cualquiera de las precedentes



reivindicaciones, caracterizado porque la cantidad total de  
componente pesado suministrado a la destilación extractiva como  
vapores de re-ebullición es mantenida entre 0,5 y 0,9 moles por  
cada mol de componente pesado contenido en la corriente de lí-  
5 quido retirada de la misma.

12.- Un procedimiento para separar un componente pesado  
de volatilidad relativamente baja y un componente ligero de  
volatilidad relativamente alta de una mezcla de los mismos,  
tal como se ha descrito particularmente anteriormente con refe-  
10 rencia a la figura 2 de los dibujos anejos.

13.- Un procedimiento para separar un componente pesado  
de volatilidad relativamente baja y un componente ligero de vo-  
latilidad relativamente alta de una mezcla de los mismos, tal  
como se ha descrito particularmente anteriormente con referen-  
15 cia a las figuras 2 y 3 de los dibujos anejos.

14.- Un procedimiento para separar un componente pesado de  
volatilidad relativamente baja y un componente ligero de vola-  
tilidad relativamente alta de una mezcla en que dicha impureza  
ligera constituye una impureza principal y un tercer componente  
20 adicionalmente presente en la mezcla constituye una impureza  
secundaria, tal como se describe anteriormente con referencia  
particular a la figura 4 de los dibujos anejos.

15.- Un procedimiento para separar 1,3-butadieno de un  
1,3-butadieno crudo que contiene butenos como la impureza prin-  
25 cipal y otros hidrocarburos incluyendo hidrocarburos  $C_3$ , n-bu-  
tano y vinilacetileno como la impureza secundaria, tal como se  
describe anteriormente con referencia particular al ejemplo  
1 ó 2.

16.- Un procedimiento para separar un componente pesado  
30 de volatilidad relativamente baja y un componente ligero de vo-



latilidad relativamente alta desde una mezcla que comprende dichos componentes.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, (representado en los dibujos que se acompañan) y con los fines  
5 que se han especificado.

Esta Memoria consta de treinta y ocho hojas escritas a máquina por una sola cara.

6 SEP. 1966

Madrid,

P.A.

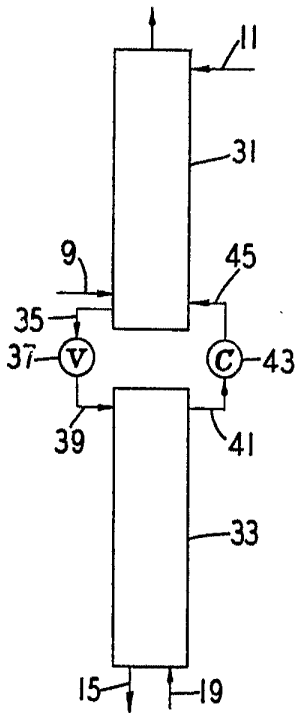
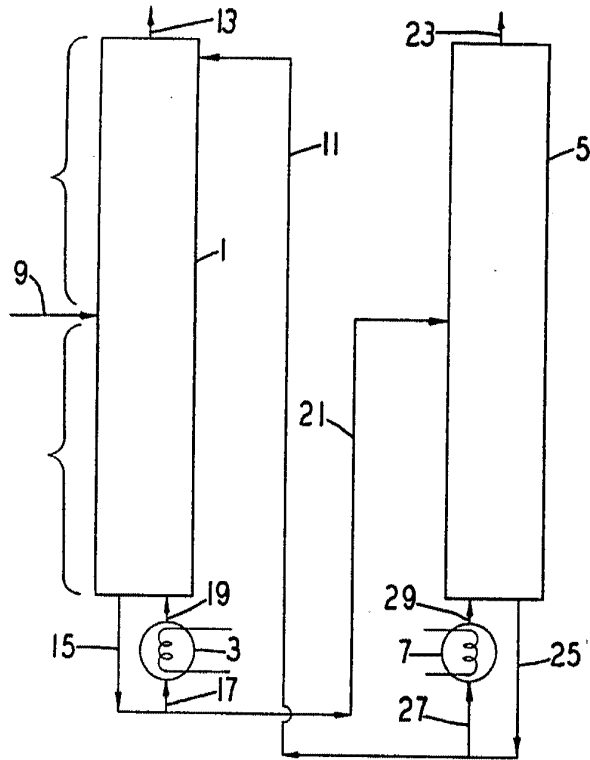
Alberto de Elzaburu  
Por Poder

A.F.A.

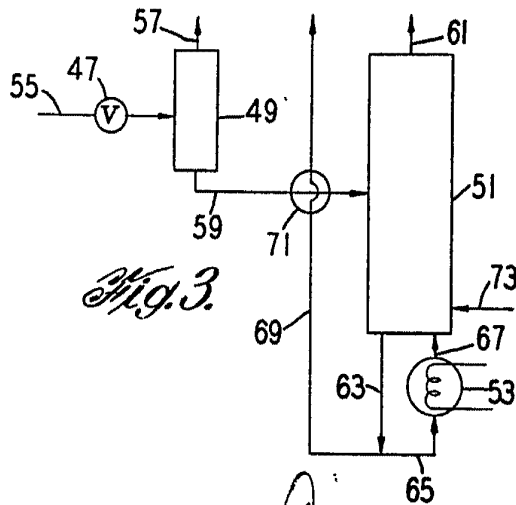
329918

10 SEP

*Fig. 1.*



*Fig. 2.*



*Fig. 3.*

Albert de Eyzend

329918

USE

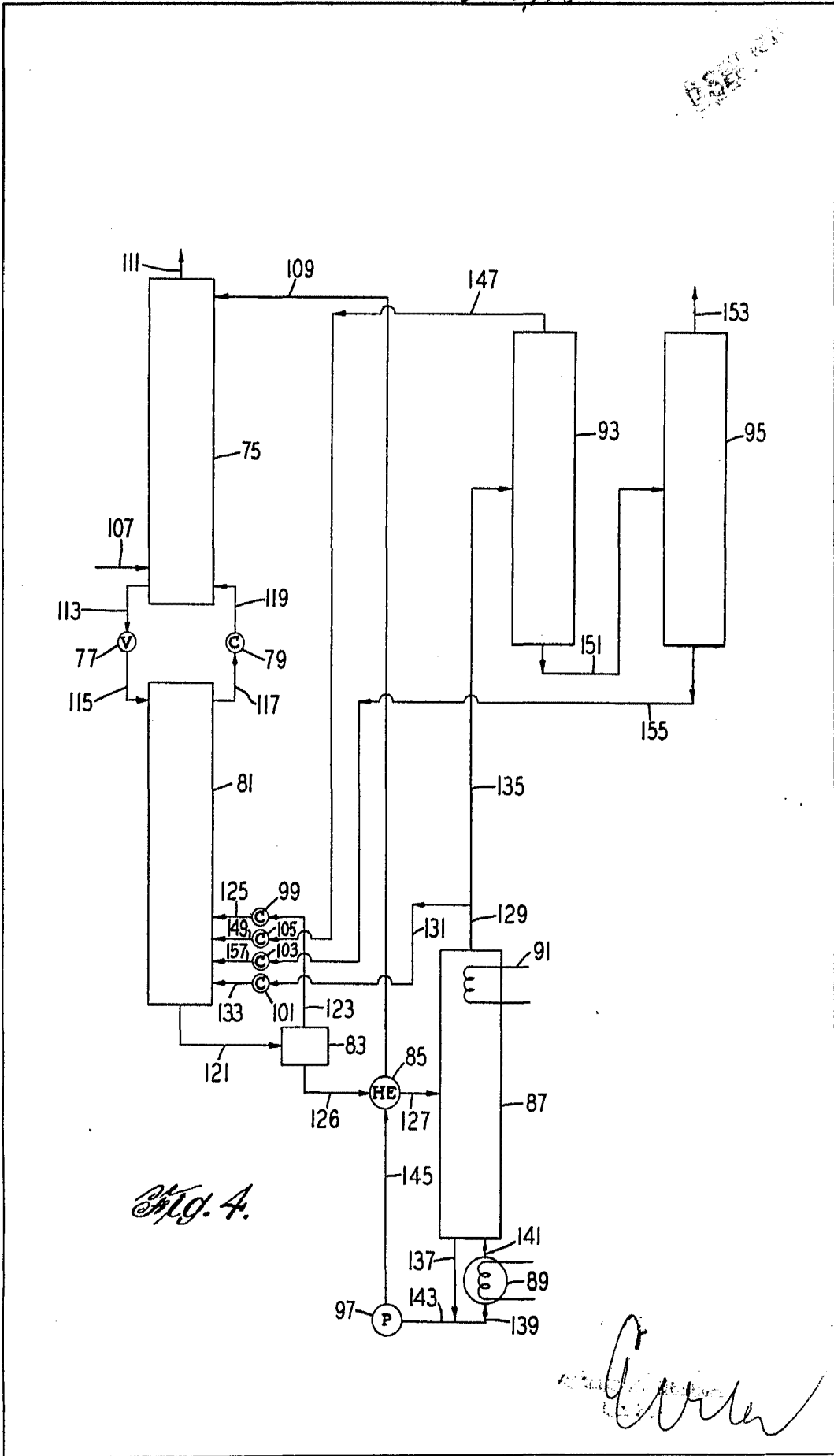


Fig. 4.

*Over*