

P - 33.905

Case 1146



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 12 de diciembre del 1.966, con el N^o 334.445

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de UNIVERSAL OIL PRODUCTS COMPANY, entidad norteamericana, establecida en 30 Algonquin Road, Des Plaines, Illinois, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE COMPONENTES DE UNA CORRIENTE DE CARGA MIXTA"

Este invento se refiere a un procedimiento para la separación de componentes de una mezcla fluída sometiendo a la misma a contacto con un sorbente sólido que tiene una afinidad selectiva para al menos uno de dichos componentes. El invento se refiere más particularmente a un procedimiento continuo para la separación de componentes de una mezcla de carga hidrocarbonada, al menos uno de los cuales es sorbido selectivamente por contacto con un

5



sorbente sólido, incluyendo dicha mezcla una fracción apropiada para su utilización como desorbente. La separación de hidrocarburos normales, por ejemplo, de mezclas de hidrocarburos utilizando partículas sorbentes selectivas ha sido conocida por espacio de muchos años. Existe sorbentes sólidos que ocluyen selectivamente (en la estructura porosa de dicho sorbente) componentes de cadena recta de una mezcla de fluidos pero que no permiten la entrada de componentes de cadena ramificada o cíclicos en los poros del sorbente. Los poros presentes en estos sorbentes son de un diámetro de 4 a 5 Angstrom, lo que permite la entrada de compuestos de cadena recta tales como hexano normal en la estructura porosa, mientras que excluye a compuestos no normales tales como 2,3-dimetilbutano, ciclohexano y benceno. Un ejemplo de este tipo de sorbente es aluminosilicato metálico deshidratado, cuyo constituyente metálico está seleccionado entre los metales alcalinos y alcalino térreos. Con el fin de crear un método útil para la separación de componentes normales de componentes no normales, es necesario describir los compuestos normales ocluidos. Esto se puede lograr por medio de otros compuestos normales, preferiblemente de peso molecular diferente que los compuestos normales ocluidos. Por esto, se proyecta un sistema típico en el cual una mezcla de alimentación de 2,3-dimetilbutano, ciclohexano y hexano normal es puesta en contacto con un sorbente selectivo para el hexano normal. (Esta mezcla es difícil de separar por destilación fraccionada). Se encontrará que cuando el efluente no sorbido, o refinado, es retirado del sorbente, estará enriquecido en concentración de 2,3-dimetilbutano y ciclohexano. El sorbente, ahora saturado con



hexano normal, es puesto en contacto con un fluido de-
sorbente tal como butano normal con lo que una porción
del butano normal desplaza al hexano normal dejando un lí-
quido que rodea a dicho sorbente enriquecido en hexano
5 normal. Dicho líquido es retirado del sorbente sólido,
y después de esto se introduce mayor cantidad de dicha
mezcla de alimentación para entrar en contacto con el
sorbente, ahora saturado con butano normal. El hexano nor-
mal desplaza al butano normal de los poros, para dejar
10 de esta manera un líquido que rodea a dicho sorbente
enriquecido en butano normal, ciclohexano y 2,3-dime-
til butano. Este último líquido, denominado refinado,
es retirado del sorbente sólido. Este principio de
separación puede ser apropiadamente de múltiples eta-
15 pas para proporcionar un procedimiento de separación
continuo, tal como se describe adicionalmente lo que
sigue.

Es deseable que el fluido desorbente (tam-
bién denominado desorbente) esté enriquecido en com-
20 puestos normales ya que estos compuestos normales son
el medio desorbente eficaz. Uno de los nuevos aspectos
o características de este invento consiste en utilizar
un desorbente que se produce a partir de la mezcla de
alimentación, pero que tiene una concentración aumentada
25 de compuestos normales comparado con dicha mezcla de
alimentación. El procedimiento del presente invento da
como resultado el efecto desusado de separar de una
mezcla de alimentación un producto de hidrocarburos
normales que tiene un estrecho margen de pesos, mole-
30 culares utilizando un fluido desorbente enriquecido



en hidrocarburos normales que representan o exhiben un diferente margen de pesos moleculares, pero que no obstante se han derivado o han procedido también de la mezcla de alimentación original.

5 Tal como se ha indicado, es bien conocida la separación de hidrocarburos normales de mezclas hidrocarbonadas utilizando tamices moleculares zeolíticos. Por ejemplo, dichos procedimientos han sido descritos en las patentes USA números 2.920.037 y 2.957.927. El
10 concepto de utilizar entradas y salidas móviles para simular la circulación en contracorriente de sorbente y de alimentación, está descrito en la patente USA 2.985.589. Estos procedimientos utilizan un desorbente separado, que generalmente está fuera del margen de pe-
15 sos moleculares del material de alimentación empleado. Una cierta pequeña fracción de este desorbente permanente se pierde de forma imperceptible en cada ciclo del procedimiento de adsorción-desorción debido a operaciones imperfectas de fraccionamiento, etc. Con el
20 fin de evitar el agotamiento de este desorbente separado, se deben mantener grandes cantidades en almacenamiento, o se deben tener disponibles de otra manera grandes cantidades de suministros. Sin embargo, frecuentemente, los desorbentes apropiados no se encuentran
25 fácilmente disponibles o están disponibles sólo con un alto costo.

Se han empleado otros métodos para la reactivación del sorbente, tales como calentamiento del sorbente hasta una temperatura relativamente alta para
30 separar los componentes sorbidos. Otro método emplea



presiones reducidas durante el ciclo de desorción para separar el componente sorbido.

La ventaja principal del presente invento sobre los procedimientos convencionales consiste en que no es necesario un desorbente exterior, ya que el fluido desorbente procede de la alimentación. También es significativo que dicho fluido desorbente tiene una mayor concentración de componentes desorbente eficaces que la que tiene la alimentación en el mismo margen de pesos moleculares.

Correspondientemente, el presente invento crea un procedimiento para la separación de componentes de una corriente de carga mixta, en que dicha corriente de carga es puesta en contacto en una cámara de sorción con un sorbente sólido capaz de sorber selectivamente al menos un componente de dicha corriente de carga; una corriente de refinado que comprende componentes no sorbidos de dicha corriente de carga es retirado de dicha cámara de sorción ; después de esto una corriente desorbente que es separable, por destilación, de dicho componente sorbido selectivamente, es puesta en contacto con dicho sorbente para desorber de esta manera el componente selectivamente sorbido, la corriente de sorbato correspondiente resultante, que comprende desorbente y componente selectivamente sorbido, es retirada de la cámara de sorción y es separado por destilación fraccionada en una primera fracción de sorbato que comprende componente selectivamente sorbidos y que es recuperada como producto, y una segunda fracción de sorbato, caracterizado porque dicha corrien



te de refinado es separada por destilación fraccionada en una fracción de refinado de mayor punto de ebullición y una fracción de refinado menor punto de ebullición, y una de dichas fracciones de refinado y al menos una porción de dicha segunda fracción de sorbente son combinadas y devueltas a la cámara de sorción en forma de dicha corriente desorbente.

El procedimiento del invento hace posible de esta manera la separación de componentes de una mezcla fluida mediante un sorbente sólido selectivo sin la utilización de un fluido desorbente exterior. Además, el procedimiento del invento logra la producción de un líquido de hidrocarburos normales de gran pureza con un estrecho margen de ebullición (o un estrecho margen de pesos moleculares) a partir de una mezcla de hidrocarburos con un amplio margen de ebullición (amplio margen de pesos moleculares) que incluye dicho estrecho margen de ebullición. Además, el procedimiento del invento produce, como subproducto, una mezcla una mezcla de hidrocarburos no normales de mayor pureza con un margen mas estrecho de pesos moleculares que dicha mezcla fluida, y otra mezcla de un margen de pesos moleculares mas estrecho que dicha mezcla fluida, pero que tiene sustancialmente la misma relación de componentes normales a componentes no normales que aparece en la mezcla de alimentación para los componentes correspondientes.

El invento se describe adicionalmente con referencia a los dibujos esquemáticos de las figuras 1 a 3 anejas. Refiriéndose a la figura 1, la cámara



46 representa cualquier recipiente apropiado en que la mezcla de alimentación y el sorbente son puestos en contacto. Dicha cámara 46 acomodará preferiblemente la entrada continua de una mezcla de alimentación y un fluido desorbente, mientras se retira simultáneamente de la misma un refinado relativamente menos sorbido y un sorbato. La cámara 46 comprenderá preferiblemente una serie de lechos fijos o, si se desea, un único lecho continuo de sorbente que tiene medios de conexión de la circulación de fluido entre la salida de un lecho y la entrada del lecho adyacente inmediato, y comprende medios apropiados, tales como una válvula o colector distribuidor, para desplazar los puntos de entrada y de salida para las diversas alimentaciones y corrientes de producto implicadas en el procedimiento. La figura 3 ilustra uno de los diseños preferidos de la cámara de contacto, que es particularmente apropiada a causa de su disposición compacta de la serie de lechos fijos en relación adyacente entre ellos. La serie de lechos fijos puede ser un cierto número (al menos 4) de lechos separados, horizontalmente espaciados conectados entre sí por una tubería entre el fondo de un lecho y la parte superior de su lecho adyacente aguas arriba, o los lechos pueden estar apilados unos encima de otros dentro de una columna vertical apropiada (tal como se ilustra en la figura 3) que contiene medios de separación o división apropiadamente configurados que dividen la columna vertical en una serie de lechos de contacto adyacentes tales como los lechos 71' a 82', estando dividido cada lecho (excepto el superior y el inferior) de sus lechos de contacto adyacentes por un medio de separación o



división configurado en forma de embudo tal como el tabique 102 situado entre los lechos 71' y 72', que tiene un tubo ascendente 103 de limitada área de la sección transversal que se abre desde el lecho 72' al lecho 71' subyacente aguas abajo.

5
10
15
20
25
30

Cuando se lleva a cabo el procedimiento con circulación en contracorriente simulada de sólido y líquido, se crea un dispositivo programador apropiado tal como la válvula 101 para cambiar los puntos de entrada y salida dentro de la cámara de contacto y a partir de la misma, y para hacer avanzar cada uno de estos puntos en una dirección aguas abajo durante el funcionamiento de esta parte del procedimiento. Se puede crear cualquier forma apropiada de centro de distribución de fluidos tales como una disposición múltiple de válvulas y de conducciones de entrada y de salida con interruptores accionados eléctricamente y temporizados (regulados cronométricamente) para abrir y cerrar las válvulas apropiadas.

La válvula 101 contiene un cierto número de orificios o lumbreras de entrada y de salida de fluido, números 71 a 82, que están conectados a los lechos de contacto en la cámara 46 mediante conductos de circulación tales como 104, 105, 107, 108 y 111. Tal como se muestra en la figura 3, el material de alimentación es introducido a través de la conducción 122, a través de la válvula 101 que está colocada para enviar el material de alimentación a través del orificio 74 y la conducción 107 y dentro de la conducción ascendente 106 y finalmente dentro del lecho 73'. La velocidad de introducción del material de alimentación está controlada por instrumen-



tos apropiados de control de flujo o circulación, tales como la válvula 123. El sorbato es retirado de la conducción ascendente 109, a través de la conducción 108, dentro del orificio 77 y fuera del conducto de circulación 124 bajo la influencia de la válvula de control 125. El desorbente es introducido a través de la conducción 128 y a través de la válvula 101 que está en posición para enviar el desorbente a través del orificio 80 y de la conducción 111 a la conducción ascendente 110 y finalmente dentro del lecho 79' bajo la influencia de la válvula de control 129. El refinado es retirado de la conducción 104 a través del orificio 71, a través de la válvula 101 y hacia fuera por la conducción 117. La velocidad de retirada de refinado a través de la conducción 117 está controlada por un dispositivo apropiado de control de presión tal como un instrumento que percibe la presión en la cámara 46 y acciona la válvula de control 118 para mantener una presión previamente seleccionada constante. Una corriente continua de fluido es hecha circular procedente de la cámara a través de la conducción 115, a través de la bomba 114 y de retorno a la cámara a través de la conducción 113, manteniendo de esta manera la circulación de fluido a través de todos los lechos de la columna.

Se logra una circulación en contracorriente simulada haciendo avanzar periódicamente, en una dirección aguas abajo, el punto de introducción del material de alimentación y del desorbente, mientras se hace avanzar simultáneamente y en igual medida en la misma dirección al punto de retirada de refinado y sorbato. Este concepto puede ser ilustrado haciendo referencia a



la figura 3. Después de un período de tiempo previamente
seleccionado la válvula girará de manera tal que el ma-
terial de alimentación penetra en la cámara 46 entre los
lechos 72' y 73', ya que la conducción 122 está conectada
5 ahora al orificio 73; se retira sorbente entre los lechos
75' y 76' ya que la conducción 124 está conectada ahora
con el orificio 76; se introduce desorbente entre los le-
chos 78' y 79' ya que la conducción 128 está conectada
ahora con el orificio 79; y se retira refinado entre los
10 lechos 81' y 82' ya que la conducción 117 está conectada
con el orificio 82. Esto se puede observar imaginando que
la válvula ha girado en el sentido de las agujas del re-
loj de manera tal que las entradas y salidas se han des-
plazado un lecho aguas abajo. El desplazamiento continuo
15 de la válvula rotatoria realizará entonces la circulación
en contracorriente simulada deseada.

La cámara de contacto de sorbente puede ser
también representada de manera que comprenda una serie de
4 zonas conectadas entre si de un único lecho fijo de sor-
bente sólido que no tiene líneas reales de demarcación
20 entre cada una de las zonas, aparte de los límites de
zonas definidos por los puntos de introducción y de re-
tirada de las diversas corrientes de fluido. En cualquier
caso todas las zonas se definen a partir de los puntos
de introducción y de retirada. La zona de sorción I de
25 la figura 3 es definida como la zona entre la entrada de
material de alimentación y la salida de refinado; la zo-
na II de rectificación primaria de la figura 3 es defini-
da como la zona entre la salida de refinado y la entrada
de desorbente; la zona III de desorción de la figura 3
30



es definida como la zona entre la entrada de desorbente y la salida de sorbato; y la zona IV de rectificación secundaria de la figura 3 es definida como la zona entre la salida de sorbato y la entrada de material de alimentación.

5 La cámara de contacto con sorbente funciona en condiciones de temperatura y presión, y bajo otras condiciones del procedimiento, que dependen del material de alimentación particular implicado, del sorbente particular
10 lar utilizado y de la pureza de producto requerida. Aunque esta cámara puede funcionar en la fase líquida o en la fase vapor, en muchos casos es preferible trabajar en la fase líquida. En general, en funcionamiento con fase líquida la presión es menor que cuando se emplean condiciones de fase gaseosa, dependiendo generalmente la
15 última del peso molecular de los componentes del material de alimentación. Un trabajo típico de fase líquida se verifica por ejemplo a temperaturas entre 1^o y 310^oC. y más particularmente entre 150 y 260^oC., y a presiones
20 desde ligeramente superiores a la atmosférica hasta 30 atmósferas o mayores, dependiendo principalmente del material de alimentación. Generalmente se emplearán mayores presiones para materiales de alimentación de menor peso molecular con el fin de mantener fase líquida en
25 la cámara de contacto. En muchos casos será deseable trabajar en condiciones que mantengan a los fluidos de entrada y de salida en la fase líquida, pero que mantengan una viscosidad relativamente menor para evitar un exceso de caída de presión a través de los lechos re
30 llenos de sorbente así como para permitir un ritmo más



5 rápido de sorción y desorción. Entra dentro del alcance del invento utilizar diferentes temperaturas en diferentes zonas de los lechos fijos para aprovechar la ventaja de la velocidad de sorción y desorción debida a las diferencias de las propiedades del material de alimentación y del desorbente. Esto se puede lograr, por ejemplo, calentando una de las corrientes de entrada o calentando ambas pero a diferentes temperaturas antes de penetrar en la cámara de contacto.

10 Materiales de alimentación apropiados incluyen cualquier mezcla de fluidos que contiene al menos un componente que es susceptible de ser sorbido preferentemente por un sorbente selectivo. Un material de alimentación particularmente apropiado es un líquido orgánico
15 que contiene componentes que son sorbidos selectivamente por un sorbente. Una mezcla de fluidos hidrocarbonados que contiene al menos un componente normal es un material de alimentación especialmente apropiado. Mezclas de fluidos hidrocarbonados apropiados incluyen por ejemplo una
20 nafta que destila en el margen de 71 a 204°C., un queroseno, un combustible destilado que tiene un punto de ebullición máximo hasta de aproximadamente 370°C., y un aceite lubricante que destila en el margen desde aproximadamente 343 hasta 482.°C.

25 Este procedimiento se puede emplear para aumentar el índice de octaño de una nafta separando selectivamente los compuestos normales de bajo índice de octano desde la mezcla fluida, produciendo de esta manera un combustible con índice de octano acrecentado.
30 Este procedimiento puede producir un concentrado de com-



puestos normales, con un margen de pesos moleculares estrecho o amplio, que es útil como intermedio para producir finalmente productos deseables tales como detergentes biodegradables. Los compuestos normales también constituyen combustibles para motor de chorro eficaces. En el margen de ebullición de aceites lubricantes, un concentrado de compuestos normales es útil como componente de un aceite lubricante de viscosidad múltiple.

La velocidad máxima de carga de material de alimentación a través del lecho fijo de sorbente sólido está limitada por la caída de presión tolerable a través de dicho lecho fijo. La velocidad de carga mínima de material de alimentación a través de dicho lecho fijo está limitada a una velocidad suficiente para evitar el mezclado de retorno (es decir para mantener sustancialmente una "corriente intermitente" a través de dichos lechos). Estas velocidades dependerán del tipo de material de carga utilizado y de las condiciones de presión y temperatura empleadas en el funcionamiento de la cámara de contacto con sorbente. Es conveniente utilizar el concepto de velocidad espacial para definir la relación de la velocidad de carga de material de alimentación con la cantidad de sorbente. Se utilizará aquí el término de velocidad espacial horaria de líquido, y es definido como la velocidad de carga de material de alimentación en volúmenes por hora por un volumen de sorbente sólido. Se emplearán velocidades espaciales horarias de



líquido desde aproximadamente 0,01 hasta aproximadamente 1,0, dependiendo de las condiciones de trabajo de presión y temperatura, del material de alimentación y de las limitaciones del equipo.

5 Sorbentes apropiados incluirán cualquier sustancia que pueda ser producida en forma de partículas individuales con un margen de tamaños que pasen por tamices desde aproximadamente 1,7 a 0,07 mm. de abertura de mallas y que tengan un grado de selectividad apreciable para al menos uno de los componentes de la mezcla fluida a separar. En el caso de separar compuestos normales desde una mezcla de compuestos normales y no normales, los aluminosilicatos metálicos deshidratados constituyen o comprenden un sorbente apropiado. Estos aluminosilicatos metálicos han sido denominados comunmente tamices moleculares. Este material incluye zeolitas de procedencia sintética y natural y está constituido por estructuras cristalinas que tienen muchas pequeñas cavidades conectadas por poros todavía menores de tamaño uniforme. El tamaño de estos poros puede variar desde 3 unidades Angstrom hasta 12 ó 15 o incluso más. Sin embargo, un material de tamiz molecular particular tendrá deseablemente tamaños de poros uniformes. Las zeolitas varían algo en su composición aunque generalmente contienen aluminio, sílice, oxígeno y un metal alcalino y/o alcalino térreo (por ejemplo sodio y/o calcio). Para separar compuestos normales, el tamaño de poros no deberá ser mayor de 5 unidades Angstrom. Sin embargo, se pueden emplear tamices moleculares que tienen poros de otros tamaños en diferentes tipos de separaciones. Otros sorbentes que pueden ser uti-

10

15

20

25

30



les para este procedimiento pueden estar seleccionados a partir de materiales tales como carbón activado, alúmina activada, gel de sílice, algodón absorbente, lana de vidrio, diversas arcillas, tierra de batán, carbón de huesos, óxidos metálicos, etc., dependiendo de la separación deseada.

Ejemplo I.-

El procedimiento de este invento está ilustrado típicamente en el siguiente experimento en el cual se produce un concentrado de parafinas normales que contiene al menos 80% de una mezcla de heptano normal-octano normal (citada en lo que sigue como nC_7-nC_8) a partir de un material de alimentación que comprende una nafta de primera destilación, tratada con hidrógeno que tiene en una destilación normalizada de 100 ml. un punto de ebullición inicial de aproximadamente $82^{\circ}C.$, un punto de ebullición del 50% de aproximadamente $130^{\circ}C.$ y un punto de ebullición final de aproximadamente $176^{\circ}C.$ El material de alimentación puede estar caracterizado además por tener una densidad relativa ($15,6^{\circ}C./15,6^{\circ}C.$) de aproximadamente 0,7469, una concentración de parafinas de 63 volúmenes %, y una concentración de naftenos de 27 volúmenes % y una concentración de aromáticos de 10 volúmenes %. La siguiente tabla muestra el desdoblamiento aproximado de dicho material de alimentación.



TABLA I

15 PM

Volúmen %		Parafinas normales	Hidrocarburos no normales	Total
5	6 átomos de carbono por molécula	1,68	4,32	6
	7 átomos de carbono por molécula	5,60	14,40	20
	8 átomos de carbono por molécula	6,44	16,56	23
10	9 átomos de carbono por molécula	5,88	15,12	21
	10 átomos de carbono por molécula	5,60	14,40	20
15	11 átomos de carbono por molécula	<u>2,80</u>	<u>7,20</u>	<u>10</u>
		28,00	72,00	100

20 Se observa que existen 12,04 volúmenes % de nC_7-nC_8 en dicho material de alimentación. El procedimiento de este invento se emplea para producir un producto equivalente a 12 volúmenes % del material de alimentación y que tiene al menos una concentración de 80 volúmenes % de nC_7-nC_8 .

25 Refiriéndose a la figura 1, la alimentación de nafta de primera destilación es introducida a través de la conducción 2 en la que se mezcla con gas de reciclado que contiene hidrógeno y uno o más de los gases metano, etano, sulfuro de hidrógeno y amoniaco. La mezcla
30 penetra entonces en el reactor de tratamiento con hidró-



18-21-
5 geno y amoniaco. La mezcla penetra entonces en el reactor de tratamiento con hidrógeno 5 en el cual contaminantes tales como azufre, nitrógeno y olefinas son hechos reaccionar con hidrógeno y los metales traza son eliminados de manera que el efluente del reactor esté sustancialmente exento de contaminantes orgánicos no hidrocarbonados. Un reactor de tratamiento con hidrógeno preferible comprende un lecho fijo de catalizador 6 que tiene una apreciable actividad de hidrogenación y de craquización. Son posibles amplios márgenes de condiciones de funcionamiento del reactor de tratamiento con hidrógeno, aunque márgenes preferibles comprenden presiones desde 27 a 102 atmósferas manométricas, velocidades especiales horarias de líquido de 1 a 10, temperaturas desde 260 a 482°C. y proporciones molares de gas a aceite desde 0,5 a 20. La selección de estas condiciones de funcionamiento depende del tipo de material de carga, de las limitaciones de equipo y de la economía global de funcionamiento.

20 El efluente del reactor es retirado del reactor 5 y penetra en el separador 8 de alta presión, a través de la conducción 7. Productos normalmente gaseoso son retirados a través de la conducción 9 y pueden ser sacados o eliminados del sistema o pueden ser reciclados de retorno al reactor de tratamiento con hidrógeno por medio del compresor de reciclado 10 y de la conducción 11. Ya que 25 las reacciones en el reactor de tratamiento con hidrógeno consumen hidrógeno, se introduce hidrógeno adicional a través de la conducción 12. Productos normalmente líquidos y gases disueltos son retirados a través de la conducción 13 o introducidos en el fraccionador previo 14. 30



Ya que se desea obtener un producto de nC_7-nC_8 , el fraccionador previo funciona para separar dos fracciones, comprendiendo la fracción de cabezas compuestos que tienen menos de 7 átomos de carbono por molécula y comprendiendo la fracción de colas compuestos que tienen más de 6 átomos de carbono por molécula. Dicha fracción de cabezas es retirada a través de la conducción 18, a través del refrigerador 19 y dentro del separador 20. La porción normalmente gaseosa es retirada a través de la conducción 48 y comprende uno o más de los elementos del grupo que consiste en hidrógeno, sulfuro de hidrógeno, metano, etano, propano, butano y amoníaco. La porción normalmente líquida de dicha fracción de cabezas es retirada parcialmente a través de la conducción 22 y refluye parcialmente al fraccionador previo 14 a través de la conducción 21. La fracción de colas es retirada del fraccionador previo 14 a través de la conducción 15, circulando una porción a través de la conducción 16, calentador de intercambio de calor 47 y de retorno al fraccionador previo 14. La porción de colas restante circula a través de la conducción 17 y es alimentada a la cámara 46 de contacto con sorbente.

Una corriente de componentes relativamente menos sorbidos (refinado) es retirada de dicha cámara 46 a través del conducto de circulación 23 y penetra en el fraccionador de refinado 24. Ya que se desea obtener un producto de nC_7-nC_8 , el fraccionador de refinado funciona para separar dos fracciones, a saber



una fracción de cabezas que comprende compuestos que contienen más de 6 átomos de carbono por molécula y menos de 9 átomos de carbono por molécula y una fracción de colas que comprende compuestos que contienen más de 8 átomos de carbono por molécula. Debido a la acción absorbente-desorbente de la cámara 46, la fracción de cabezas de refinado estará concentrada o enriquecida en compuestos no normales. La fracción de cabezas es retirada de dicho fraccionador de refinado 24 de la conducción 28, a través del refrigerador 29 y es introducido en el separador 30, siendo reciclada una porción del mismo al fraccionador 24 a través de la conducción 31 en forma de reflujo, y siendo retirada la porción restante de dicha fracción de cabezas de refinado a través de la conducción 32.

La fracción de colas del refinado es retirada del fraccionador 24 a través de la conducción 25, siendo reciclada una porción de dicha fracción de colas a través de la conducción 26 y del calentador de intercambio de calor 49 al fraccionador 24. La porción restante de dicha fracción de colas de refinado circula a través de las conducciones 27 y 45 de retorno a la cámara 46 como fluido desorbente. La fracción de colas comprende compuestos que contienen más de 8 átomos de carbono por molécula y está enriquecida en compuestos normales. Así, la columna de refinado produce una fracción de cabezas enriquecida en compuestos no normales y una fracción de colas enriquecida en compuestos normales. Ya que la fracción de colas de refinado está enriquecida en compuestos normales, dicha fracción de colas de refinado



será un fluido desorbente más eficaz, ya que los compuestos normales son un fluido desorbente preferible.

El fluido desorbente desplaza al sorbato selectivamente sorbido desde el sorbente sólido en la zona III de la cámara 46. Dicho sorbato es retirado a través del conducto de circulación 33 y penetra en el fraccionador de sorbato 34. El fraccionador de sorbato funciona para separar dos fracciones, una fracción de cabezas que comprende compuestos que contienen más de 6 átomos de carbono por molécula y menos de 9 átomos de carbono por molécula y una fracción de colas que comprende compuestos que contienen más de 8 átomos de carbono por molécula. Debido a la acción absorbente-desorbente en la cámara 46, la fracción de cabezas del sorbato estará enriquecida con compuestos normales, dando como resultado de esta manera el producto deseado. La fracción de cabezas es retirada o separada de dicho fraccionador de sorbato 34 a través de la conducción 38, refrigerador 39 y es introducida en el separador 40, siendo reciclada una porción de la misma al fraccionador 34 a través de la conducción 41 como reflujo y siendo retirada la porción restante de dicha fracción de cabezas de sorbato a través de la conducción 42 como el producto nC_7-nC_8 deseado.

La fracción de colas del sorbato es retirada del fraccionador 34 a través de la conducción 35, pasando una porción a través de la conducción 36 y del calentador de intercambio de calor 50 y de retorno al fraccionador 34, siendo dividida la porción restante en dos fracciones, una de las cuales es devuelta a la cámara 46 a través de las conducciones 37, 44 y 45 como



fluido desorbente adicional y la otra de las cuales es retirada del sistema a través de las conducciones 37 y 43. La fracción de colas de sorbato comprende compuestos que contienen más de 8 átomos de carbono por molécula y tiene sustancialmente la misma concentración de compuestos normales y no normales que existe en la alimentación original a la cámara 46 en la conducción 17. Según aumenta la velocidad de la fracción de colas de sorbato reciclada a la conducción 44, aumenta la circulación total de fluido desorbente normal pero a un ritmo más lento que el ritmo de aumento de fluido desorbente no normal. Esto significa que la concentración de compuestos normales en la conducción 45 disminuye cuando aumenta la velocidad de reciclado de la fracción de colas de sorbato en la conducción 44, pero aumenta la cantidad total de compuestos normales que vuelven como fluido desorbente.

Utilizando la anterior disposición de equipo, se obtienen los flujos mostrados en la tabla II.

	TABLA II	<u>Litros/hora</u>
	Alimentación	33.050
	Fracción de cabezas neta del fraccionador previo	
25	n-hexano	556
	C ₆ no normales	1.429
	Fracción de colas del fraccionador previo	



TABLA II (cont.)

		<u>litros/hora</u>
	nC ₇ y nC ₈	3.980
	C ₇ y C ₈ no normales	10.220
5	nC ₉ y normales más pesados	4.720
	C ₉ y más pesados no normales	12.130
Carga en el fraccionador de refinado		
	nC ₇ y nC ₈	800
10	C ₇ y C ₈ no normales	9.430
	nC ₉ y normales más pesados	8.110
	C ₉ y más pesados no normales	12.920
Fracción de cabezas del fraccionador de refinado		
	nC ₇ y nC ₈	800
15	C ₇ y C ₈ no normales	9.430
Fracción de colas del fraccionador de refinado (devuelta a la cámara 46, como desorbente)		
	nC ₉ y normales más pesados	8.110
20	C ₉ y más pesados no normales	12.920
Sorbato al fraccionador		
	nC ₇ y nC ₈	3.182
25	C ₇ y C ₈ no normales	793
	nC ₉ y normales más pesados	17.510
	C ₉ y más pesados no normales	45.050

TABLA II (cont.)



		<u>litros/hora</u>
	Fracción de cabezas del fraccionador de sorbato (producto)(*)	
5	nC ₇ y nC ₈	3.182
	C ₇ y C ₈ no normales	793
	Fracción de colas total del fraccionador de sorbato	
	nC ₉ y normales más pesados	17.510
10	C ₉ y más pesados no normales	45.050
	Porción retirada	
	nC ₉ y normales más pesados	4.720
	C ₉ y más pesados no normales	12.130
15	Porción devuelta a la cámara 46 como desorbente adicional	
	nC ₉ y normales más pesados	12.800
	C ₉ y más pesados no normales	32.950
	Desorbente total	
20	nC ₉ y normales más pesados	20.950
	C ₉ y más pesados no normales	45.900

(*) El producto deseado de n-heptano y n-octano de 80% de pureza.

25 Ejemplo II

El procedimiento del invento es ilustrado más aún en otro experimento para la separación de una fracción hidrocarbonada que contiene al menos 80% de parafinas normales a partir de una mezcla de alimentación que consiste en hidrocarburos normales y al menos uno

30



del grupo que consiste en isoparafinas, naftenos y aromáticos, por contacto con un sorbente selectivo para hidrocarburos normales, y en el cual se produce un desorbente a partir de dicha mezcla de alimentación. Se utiliza el mismo material de carga que se describe en el Ejemplo I pero el equipo está dispuesto tal como se muestra en la figura 2. Cuando un detalle del equipo de la figura 2 corresponde a un detalle de la figura 1, se utiliza el mismo número de referencia que en la figura 1, pero se utiliza con un símbolo "prima" ('). El funcionamiento es idéntico hasta que el efluente del reactor abandona al separador de tratamiento con hidrógeno a través de la conducción 13'. El fluido penetra en un fraccionador que funciona como separador para eliminar gases ligeros, contaminantes e hidrocarburos que tienen menos de 6 átomos de carbono por molécula. El separador 51 funciona para proporcionar suficiente cantidad de producto de cabezas normalmente líquido para suministrar suficiente cantidad de reflujo en la conducción 56, pero no para producir ningún líquido de cabezas neto. La cámara de contacto con sorbente 46' es la misma que se describe en el Ejemplo I. También aquí hay un fraccionador de refinado 24' y un fraccionador de sorbato 34'. Sin embargo, las conducciones de reciclado están dispuestas de forma diferente a la que se indica en el Ejemplo I, ya que ahora los fluidos de cabezas suministran el desorbente en lugar de los fluidos de colas.

El fluido neto de cabezas de refinado es retirado del separador 30' a través de la conducción 62 y de la conducción 64 y vuelve a la cámara 46' como



fluido desorbente. El fluido de cabezas de sorbato neto es retirado del separador 40' a través de la conducción 63, siendo reciclada una porción del mismo a la cámara 46' pasando por las conducciones 67 y 64, siendo retirada del sistema la porción restante a través del conuacto de circulación 66.

En este ejemplo se desea producir una concentración de hidrocarburos normales que tienen más de 6 átomos de carbono por molécula.

El mismo material de alimentación indicado en el Ejemplo I es introducido por la conducción 2' a una velocidad o caudal de 33.050 litros/hora, circulando a través del reactor de tratamiento con hidrógeno 5' bajo condiciones de hidrogenación y de craquización, tal como se describe en el Ejemplo I. El efluente es retirado del reactor 5', a través de la conducción 7', y entra en el separador 8', en el cual los gases no condensables son separados del líquido, pasando este último a través de la conducción 13', al separador 51. El separador funciona en condiciones apropiadas para eliminar gases contaminantes disueltos, tales como sulfuro de hidrógeno y también gases hidrocarbonados ligeros tales como metano, etano, propano, etc., desde el material de alimentación normalmente líquido. Los flujos resultantes están mostrados en la Tabla III.

TABLA III

	<u>Litros/hora</u>
Alimentación a la cámara 46' (conducción 60)	
nC ₆	556

TABLA III(cont.)



		<u>litros/hora</u>
	C ₆ no normales	1.430
5	nC ₇ y normales más pesados	8.710
	C ₇ y más pesados no normales	<u>22.420</u>
	Total	33.116
	Carga al fraccionador de refinado	
10	(conducción 23')	
	nC ₆	6.620
	C ₆ no normales	4.800
	nC ₇ y normales más pesados	1.721
	C ₇ y más pesados no normales	21.000
15	Fracción de cabezas del fraccionador de refinado (conducción 62) (devuelta a la cámara 46' como desorbente)	
	nC ₆	6.620
	C ₆ no normales	4.800
20	Fracción de colas del fraccionador de refinado (conducción 61)	
	nC ₇ y normales más pesados	1.721
	C ₇ y más pesados no normales	21.000
25	Carga al fraccionador de sorbato (conducción 33')	
	nC ₆	22.400
	C ₆ no normales	65.200
	nC ₇ y normales más pesados	6.990
30	C ₇ y más pesados no normales	1.390



TABLA III (cont.)

		<u>litros/hora</u>
	Fracción de colas del fraccionador de sorbato (conducción 65) (Producto) (*)	
5	nC ₇ y normales más pesados	6.990
	C ₇ y más pesados no normales	1.390
	Fracción de cabezas del fraccionador de sorbato, total (conducción 63)	
10	nC ₆	22.400
	C ₆ no normales	65.200
	Porción retirada (conducción 66)	
	nC ₆	556
	C ₆ no normales	1.430
15	Porción devuelta a la cámara 46' como desorbente adicional	
	nC ₆	24.790
	C ₆ no normales	63.700
20	Desorbente total (conducción 64)	
	nC ₆	31.400
	C ₆ no normales	67.850

(*) El concentrado deseado de parafinas normales más pesadas que C₆.

25 Se deberá observar que en el Ejemplo I el fluido desorbente contiene 20.980 litros/hora de moléculas normales por 66.890 litros/hora de fluido desorbente total que tiene más de 8 átomos de carbono por molécula, lo cual da una pureza de productos normales de 31,4 volúmenes %. El material de alimentación contenía

30



4.740 litros/hora de moléculas normales por 16.890 litros./hora de alimentación total que tiene más de 8 átomos de carbono por molécula, lo cual dá una pureza de compuestos normales de 28,0 volúmenes %. De esta manera, el fluido desorbente tiene un contenido acrecentado de parafinas normales en el mismo margen de pesos moleculares que el material de alimentación, y este fluido desorbente es producido a partir de dicho material de alimentación. Similarmente, en el Ejemplo II, el material de alimentación contenía 556 litros/hora de hexano normal por 1.987 litros/hora de moléculas de 6 átomos de carbono, teniendo por lo tanto un contenido de parafinas normales de 28 volúmenes % mientras que el fluido desorbente contiene 31.400 litros/hora de hexano normal por 99.250 litros/hora de fluido desorbente total, teniendo por lo tanto un contenido de parafinas normales de 31,4 volúmenes %.

- N O T A -

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:

1.- Un procedimiento para la separación de componentes de una corriente de carga mixta, en el que dicha corriente de carga es puesta en contacto en una cámara de sorción con un sorbente sólido capaz de sorber selectivamente al menos un componente de dicha corriente de carga, una corriente de refinado que comprende componentes no sorbidos de dicha corriente de carga es retira

da de dicha cámara de sorción, después de esto una corriente desorbente, que es susceptible de ser separada por destilación desde dicho componente selectivamente sorbido, es puesta en contacto con dicho sorbente para desorber de esta manera el componente selectivamente sorbido, la corriente de sorbato resultante que comprende desorber y componente selectivamente sorbido, es retirada de la cámara de sorción y es separada por destilación fraccionada en una primera fracción de sorbato que comprende componentes selectivamente sorbido que es recuperado como producto, y una segunda fracción de sorbato, caracterizado porque dicha corriente de refinado es separada por destilación fraccionada en una fracción de refinado de mayor punto de ebullición y una fracción de refinado de menor punto de ebullición, y una de dichas fracciones de refinado y al menos una porción de dicha segunda fracción de sorbente son combinadas y devueltas a la cámara de sorción como dicha corriente desorbente.

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado además porque la segunda fracción de sorbato es de menor punto de ebullición que la primera fracción de sorbato y al menos una porción de la segunda fracción de sorbato es combinada con la fracción de refinado de menor punto de ebullición y es devuelta a la cámara de sorción como desorbente.

3.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado además porque la segunda fracción de sorbato es de mayor punto de ebullición que la primera fracción de sorbato y al menos una porción de la segunda fracción de sorbato es combinada con la fracción de re-



finado de mayor punto de ebullición y es devuelta a la cámara de sorción como desorbente.

5 4.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado además porque la corriente de carga es un líquido orgánico.

5.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado además porque la corriente de carga es un líquido hidrocarbonado.

10 6.- Un procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado además porque el líquido hidrocarbonado comprende un hidrocarburo alifático normal con el componente selectivamente sorbido y al menos un hidrocarburo seleccionado del grupo que consiste en hidrocarburos alifáticos de cadena ramificada e hidrocarburos cíclicos como el componente relativamente menos sorbido.

15 7.- Un procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado además porque dicho hidrocarburo alifático normal es una parafina.

20 8.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado además porque el sorbente es un hidrato de aluminosilicato metálico deshidratado.

25 9.- Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, caracterizado además porque un lecho fijo del sorbente sólido está contenido en la cámara de sorción en al menos 4 zonas conectadas entre sí en serie que tienen medios de conexión para circulación de fluidos entre zonas adyacentes y entre la salida de una zona terminal y la entrada de la otra zona terminal de la serie, con lo cual se mantiene una cir-

30



culación cíclica continua de fluido a través de dicha cámara, la corriente de carga mixta es introducida continuamente en una primera zona de las antedichas, la corriente de refinado es retirada continuamente de una segunda zona inmediatamente aguas abajo de dicha primera zona, la corriente desorbente es introducida continuamente en una tercera zona inmediatamente aguas abajo de dicha segunda zona, y la corriente de sorbato, que comprende componente selectivamente sorbido y desorbente, es retirada continuamente de una cuarta zona inmediatamente aguas abajo de dicha tercera zona, y periódicamente los puntos de introducción de dicha carga mixta y de desorbente en dicho lecho fijo son hechos avanzar en una dirección aguas abajo mientras que los puntos de retirada de refinado y sorbato son hechos avanzar simultáneamente y en igual medida en la misma dirección.

10.- Un procedimiento según la reivindicación 9, caracterizado además porque cada una de dichas zonas comprende al menos un lecho fijo de dicho sorbente sólido separado de lechos adyacentes al mismo por un conducto de fluido con sección transversal restringida.

11.- Un procedimiento para la separación de componentes de una corriente de carga mixta.

Tal y como se ha descrito en la memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan



y con los fines que se han especificado

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

Madrid,

19 ENE 1961

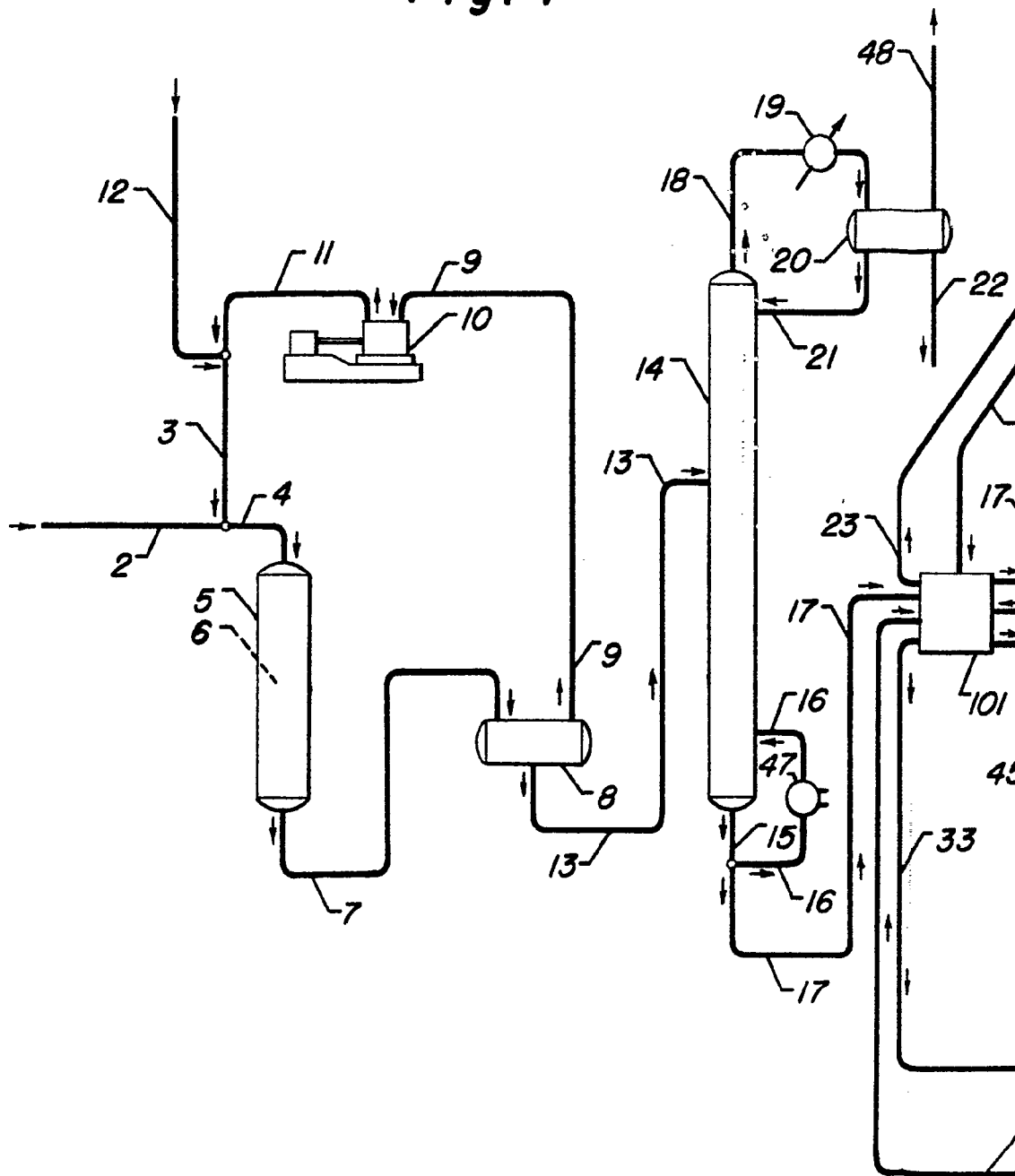
P.A.

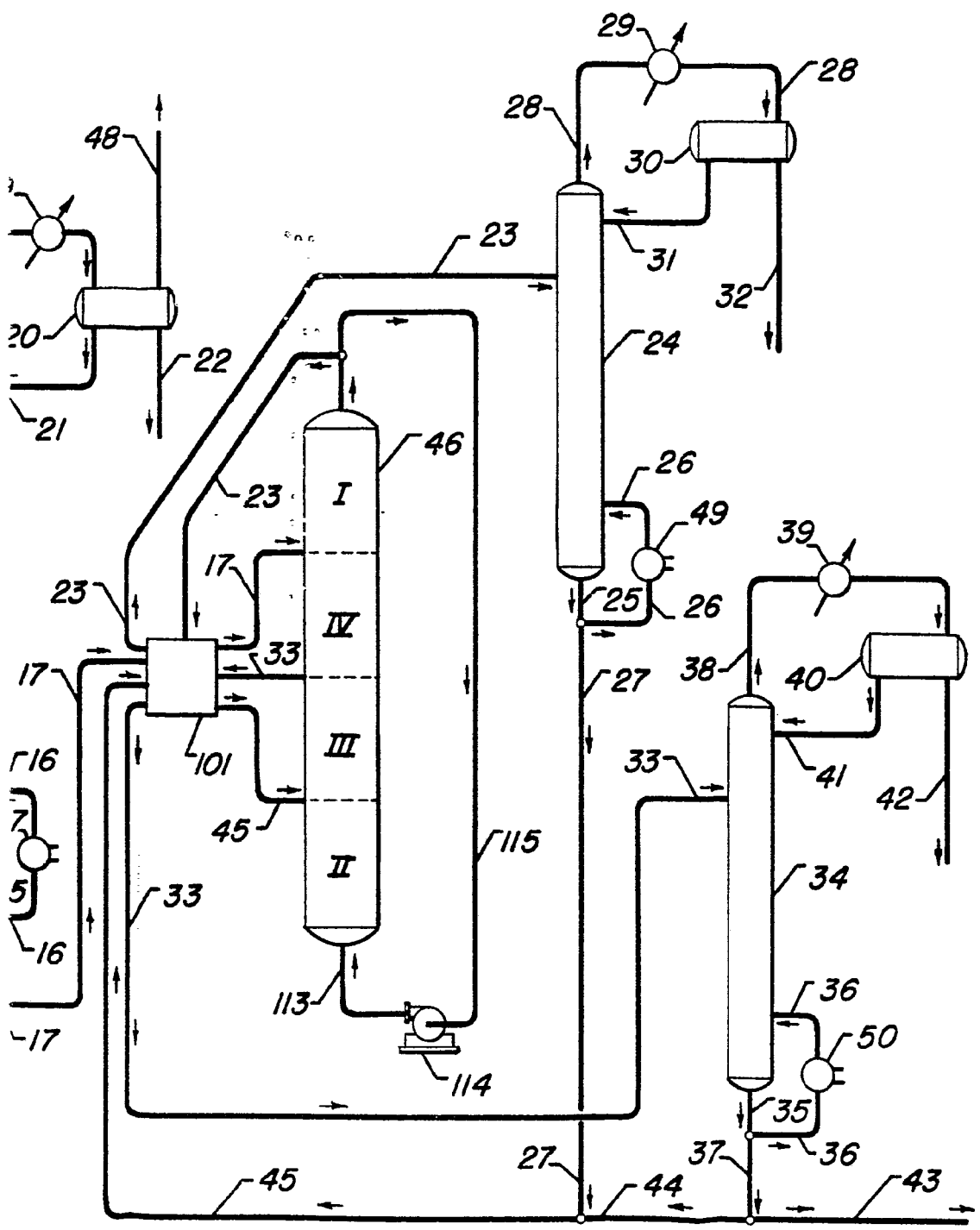
5

Alberto de Elzaburu

fb.

Fig. 1

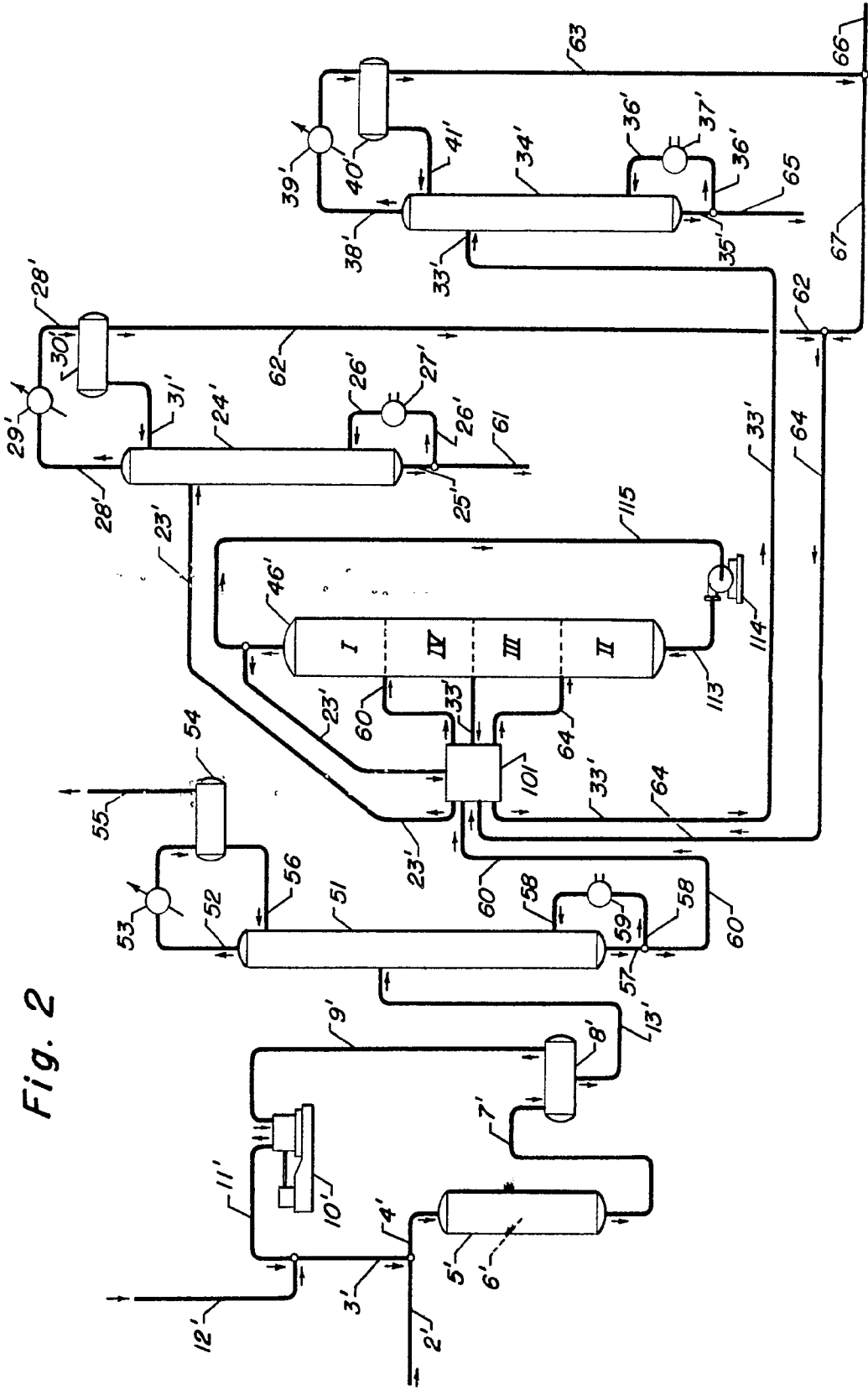




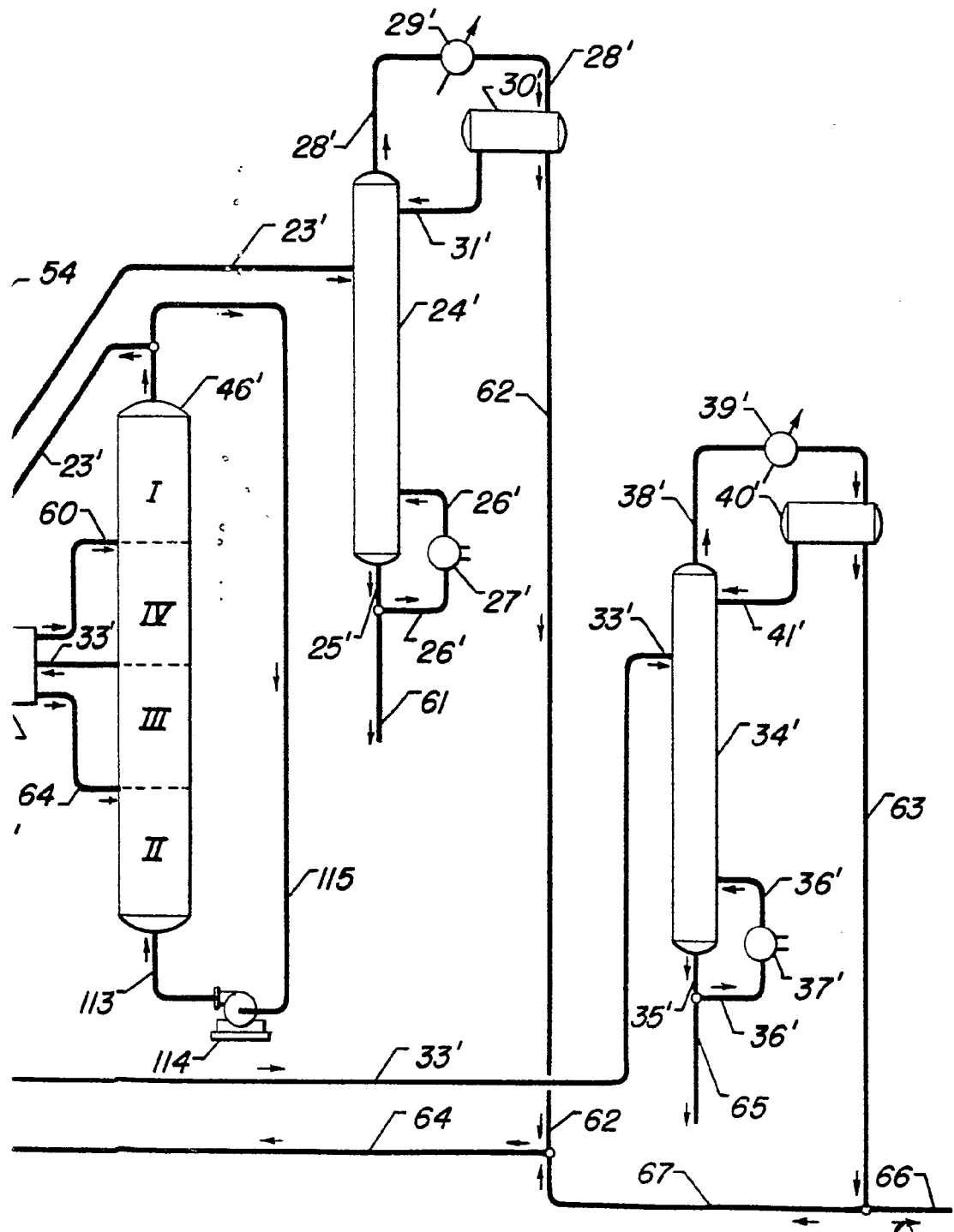
W. W. W.



Fig. 2



Handwritten signature or initials.

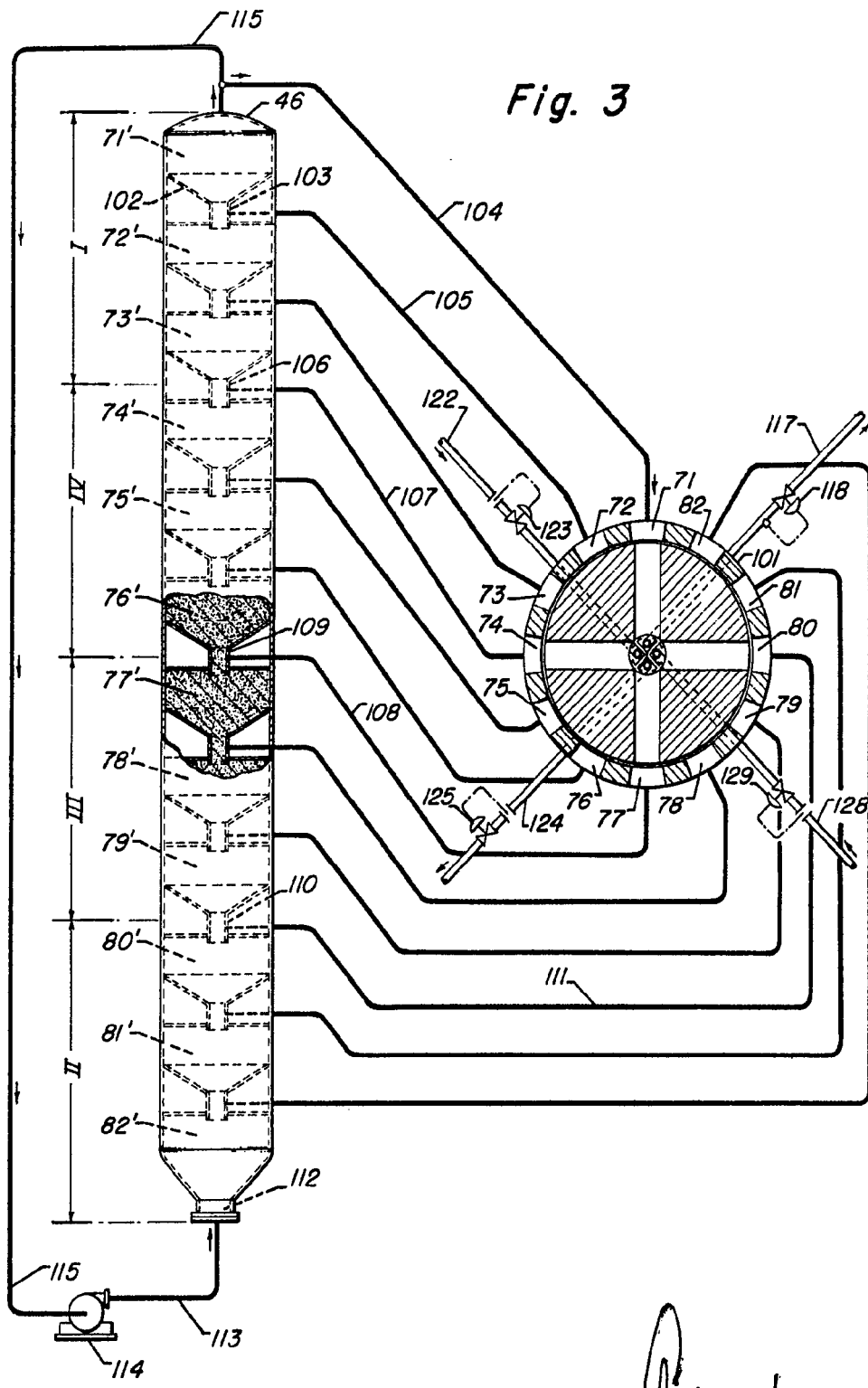


Handwritten signature or initials.



19 ENE

Fig. 3



Alberto de Ercat
for F. C.