

P.- 37.204

Case 1193

348810

Memoria descriptiva

26 MAR 1958



para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de UNIVERSAL OIL PRODUCTS COMPANY

entidad / ~~DE ESTADOS UNIDOS~~ norteamericana

con domicilio en 30 Algonquin Road, Des Plaines, Illinois,  
Estados Unidos de América

por: " UN PROCEDIMIENTO PARA SEPARAR UN EFLUENTE DE PRO-  
DUCTO DE CONVERSION HIDROCARBONADO DE FASE MIXTA "  
(Clase Internacional C10g)



La presente invención se refiere a <sup>26 Mar 1968</sup> un procedimiento para llevar a cabo la separación de un efluente de producto de conversión hidrocarbonado. Más específicamente, la invención se refiere a la separación del efluente producto resultante de la conversión de un material de alimentación que contiene hidrocarburos de alto peso molecular que hierven a una temperatura superior a aproximadamente 566°C. Este efluente de producto de conversión está en una fase mixta, y en general comprende hidrógeno, un gas ácido, amoníaco, hidrocarburos gaseosos en condiciones normales e hidrocarburos líquidos en condiciones normales.

Aunque el procedimiento de separación es aplicable a un procedimiento de conversión de hidrocarburos que puede ser considerado, a grandes rasgos, como consumidor de hidrógeno, es adaptable, del modo más ventajoso, a un procedimiento de conversión de aceite negro. En este procedimiento de conversión se emplean técnicas de craqueado hidrogenante/refinado hidrogenante, con los objetivos principales de (1) reducir la concentración de varias sustancias contaminantes (compuestos que contienen azufre y que contienen nitrógeno, así como complejos metálicos), y (2) convertir el material hidrocarbonado pesado en productos hidrocarbonados de punto de ebullición inferior, que tienen concentraciones reducidas de las sustancias contaminantes antes citadas. Son ejemplos del material hidrocarbonado clasificado como aceite negro, los productos de colas de la destilación a presión atmosférica, los productos de cola de la destilación a vacío, el residuo de petróleo crudo, petróleos crudos desprovistos de constituyentes ligeros o volátiles, los aceites extraídos de arenas alqui



26

tranasas, y similares.

Los aceites negros, y particularmente los extraídos a partir de arenas con alquitrán y de los residuos de destilación a presión atmosférica y a vacío, contienen compuestos de azufre de alto peso molecular, grandes cantidades de compuestos de nitrógeno, complejos organo-metálicos de alto peso molecular (que comprenden principalmente níquel y vanadio), y una cantidad considerable de material asfáltico que es insoluble en hidrocarburos de inferior punto de ebullición, tales como el pentano y/o heptano. Actualmente hay existencias abundantes de este material hidrocarbonado, del que la mayor parte tiene un peso específico (15,6°C/15,6°C) de más de 0,9338, y del que una parte importante tiene un peso específico de más de 1,000. Los aceites negros se caracterizan también porque un 10,0% en volumen, o más, del mismo hierve a una temperatura superior a 566°C. Aunque no es conocida con precisión, hay disponible normalmente una gran cantidad de aceite negro, que se caracteriza por el hecho de que más del 50,0% en volumen del mismo hierve a una temperatura superior a aproximadamente 566°C. Hasta ahora no ha sido económicamente factible la conversión de al menos una parte de este material en hidrocarburos destilables (es decir, que hierven a temperaturas inferiores a aproximadamente 566°C).

Los ejemplos específicos de los aceites negros incluyen un producto de colas de destilación a vacío que tiene un peso específico de 1,0213 a 15,6°C, y que contiene 4,1% en peso de azufre y 23,7% en peso de materiales asfálticos; un petróleo crudo del Oriente Medio con

5

10

15

20

25

30



2 b

5

10

15

20

25

30

un peso específico de 0,993 a 15,6°C, que contiene 10,1% en peso de materiales asfálticos y aproximadamente 5,2% en peso de azufre; y un residuo de destilación a vacío que tiene un peso específico de 1,008 a 45,6°C, y que contiene 3,0% en peso de azufre y 4300 ppm. de nitrógeno, y que tiene una temperatura de destilación de un 20,0% de su volumen de 568°C. En general, se ha comprobado que los materiales asfálticos se encuentran dispersos coloidalmente en el aceite negro, y, cuando son sometidos a una temperatura elevada, tienen tendencia a flocular y polimerizarse, con lo que se hace extremadamente difícil su conversión en productos más aprovechables solubles en aceites. Las colas pesadas de una columna de destilación a vacío de petróleo crudo, por ejemplo, dan un factor de residuo de carbón de Conradson de 16,0% en peso.

El efluente de producto de conversión típico que es el material de alimentación para el procedimiento de la invención contiene hidrógeno, sulfuro de hidrógeno, hidrocarburos gaseosos en condiciones normales, que comprenden metano, etano y propano, hidrocarburos líquidos en condiciones normales que hierven en el intervalo de la gasolina, que comprenden pentano, hexano e hidrocarburos que hierven hasta aproximadamente 204°C, hidrocarburos de destilados medios, hidrocarburos de intervalo de ebullición del gasoil, y materiales hidrocarbonados que hierven a más de 566°C. En la presente Memoria descriptiva y en las reivindicaciones anexas, los butanos se consideran incluidos en el grupo de los hidrocarburos normalmente líquidos, ya que generalmente se recuperan como producto deseado, a causa de su índice de mezcla con respecto -



al combustible para motores. Asimismo, la expresión " no destilables " quiere decir los hidrocarburos que tienen punto de ebullición normal superior a aproximadamente - 566°C. A partir de este tipo de efluente producto, se intenta generalmente recuperar, o producir, al menos los siguientes productos, en forma de corrientes de producto:

(1) una fracción hidrocarbonada que hierve a 343°C y más, y adecuada para su empleo como fueloil; (2) una fracción de destilado medio que hierve entre 204°C y 343°C, y que puede emplearse, bien como fueloil, o como material de alimentación para una unidad de craqueado hidrogenante destinada a dar una producción máxima de GPL (gas de petróleo licuado); (3) una fracción del intervalo de ebullición de la gasolina, que puede contener o no butanos y pentanos; (4) un concentrado de butano-pentano, para su utilización como componente de mezcla para combustibles para motores, o como material de alimentación para una unidad de isomerización; (5) una fase gaseosa rica en hidrógeno, que será reciclada a la zona de conversión para proporcionar una parte del hidrógeno consumido en la misma; y (6) un producto residual de gas combustible, que comprende metano y etano, y que está sustancialmente desprovista de los hidrocarburos más pesados más aprovechables.

Hasta ahora, estos efluentes en fase mixta de la zona de conversión eran introducidos, después de sus sustancial enfriamiento, en un separador de alta presión y baja temperatura, con el fin de recuperar hidrógeno sin reaccionar para su empleo como corriente de reciclo interior en el procedimiento, y después se separaban y recuperaban.



26 MAR 1968

5 raban productos hidrocarbonados destilables, empleando medios de destilación y/o fraccionamiento. Este método adolece de al menos dos inconvenientes cuando el efluente de producto de conversión proviene del craqueado hidrogenante/refinado hidrogenante de aceites negros. En el efluente producto existen grandes cantidades de hidrógeno e hidrocarburos normalmente gaseosos, y la parte de hidrocarburos normalmente líquidos del mismo tiene una elevada capacidad de adsorción de este material. El efluente producto contiene también los materiales no destilables que no han reaccionado denominados generalmente residuo, material que tiene tendencia a obstruir las varias conducciones y el equipo. La presente invención se refiere fundamentalmente a éste último problema, y a la solución de las dificultades de tratamiento que se derivan del mismo.

10  
15  
20 Por consiguiente, la presente invención proporciona un procedimiento para separar un efluente producto de conversión hidrocarbonado en fase mixta, que contiene hidrocarburos que hierven a más de aproximadamente 566°C, que comprende las operaciones de: (a) separar dicho efluente en una primera zona de separación a una temperatura superior a aproximadamente 371°C y una presión manométrica superior a aproximadamente 68 atmósferas, para proporcionar una primera fase de vapor y una primera fase líquida; (b) enfriar dicha primera fase de vapor, introducirla en una segunda zona de separación a una temperatura inferior a aproximadamente 60°C y una presión sustancialmente e igual a la de dicha primera zona de separación, y separar en la misma una segunda fase de vapor rica en



26 MAR 1968

5. hidrógeno y una segunda fase líquida que comprende principalmente propano e hidrocarburos normalmente líquidos más pesados; (c) introducir al menos una parte de dicha primera fase líquida, a una presión manométrica de menos de aproximadamente 13,6 atmósferas, en una tercera zona de separación, en un punto situado por debajo de una capa de malla que se extiende a través de una sección superior de dicha tercera zona de separación, y separar en la misma una tercera fase de vapor y una tercera fase líquida que contiene hidrocarburos que hierven a más de 566°C; (d) introducir dicha tercera fase líquida en una cuarta zona de separación a una temperatura superior a aproximadamente 371°C y a una presión inferior a la atmosférica, y separar en ella una fracción de residuo que contiene - hidrocarburos que hierven a más de aproximadamente 566°C y una fracción de gasoil pesada que hierve a menos de - aproximadamente 566°C; y (e) introducir una parte de dicha fracción pesada de gasoil en dicha zona tercera de separación, en un punto situado por encima de la capa de malla citada.

10

15

20

Otras características preferidas de la invención se basan en el empleo de condiciones de trabajo particulares, y en la utilización de varias corrientes interiores de recicló. Así, la cantidad de gasoil pesado introducido en la tercera zona de separación, denominada - en la Memoria zona caliente de vaporización instantánea o de reducción brusca de presión, se encuentra en el intervalo de entre 1,0% y aproximadamente 10,0% en volumen, con respecto al total de gasoil pesado producido. Un intervalo intermedio y generalmente preferido es desde -

25

30



aproximadamente 3,0% hasta aproximadamente 8,0 por ciento. También una parte de la primera fase líquida puede ser reciclada para combinarse con el efluente de producto de conversión, antes de la separación en la primera zona de separación (denominada en la Memoria separador caliente). El separador caliente es mantenido a una presión esencialmente igual que la del efluente de producto de conversión, y esta presión se encuentra nominalmente en el intervalo de desde aproximadamente 68 hasta aproximadamente 272 atmósferas manométricas. La temperatura del efluente de producto que entra en el separador caliente es, preferiblemente, inferior a aproximadamente 399°C. A temperaturas superiores, los hidrocarburos normalmente líquidos más pesados tienden a ser arrastrados en la primera fase de vapor, mientras que a temperaturas inferiores a aproximadamente 371°C, las sales de amonio (procedentes de la conversión de compuestos de nitrógeno) tienden a caer en la fase líquida. Por tanto, la parte de la primera fase líquida que es reciclada para combinarse con el efluente de producto, es empleada primero como medio de cambio de calor en el grado necesario para disminuir su temperatura a un valor tal que el material combinado que entra en el separador caliente se encuentra a una temperatura situada generalmente en el intervalo entre 371°C y aproximadamente 399°C.

La segunda zona de separación (denominada en la Memoria separador frío), aunque trabaja a esencialmente la misma presión que el separador caliente, es mantenida preferiblemente a una temperatura de desde aproximadamente 16°C hasta aproximadamente 60°C. Los valores de la



5

10

15

20

25

30

presión mantenida sobre la tercera y cuarta zonas de separación son reducidos sustancialmente con respecto a la presión de los separadores caliente y frío. La máxima presión sobre la tercera zona de separación es de aproximadamente 13,6 atmósferas manométricas, y esta zona trabaja a una temperatura elevada, algo inferior a la temperatura de la primera fase líquida que procede del separador caliente. Preferiblemente, la cuarta zona de separación se hace trabajar como columna de vacío a una presión inferior a aproximadamente 100 mm. Hg absolutos. La tercera fase líquida, que se descarga de la tercera zona de separación, puede estar a una temperatura inferior a aproximadamente 371°C, y por tanto es calentada hasta una temperatura superior a 371°C, con un límite superior de aproximadamente 482°C, antes de ser introducida en la columna de vacío.

Antes de discutir con detalle el procedimiento de la presente invención, se consideran necesarias varias definiciones de expresiones y frases, para conseguir una comprensión clara y completa. Los datos de los puntos de ebullición e intervalos de ebullición de varios hidrocarburos y mezclas de hidrocarburos son los obtenidos empleando los Métodos Normalizados de destilación ASTM. Así pues, la expresión "hexano-204°C" quiere decir una corriente normalmente líquida que hierve a una temperatura inferior a aproximadamente 204°C, y que incluye los hexanos. De igual modo, la expresión "343°C y más" significa una corriente líquida que contiene los hidrocarburos que hierven a 343°C y temperaturas más altas.

La expresión "hidrocarburos del intervalo de -



5

ebullición de las gasolinas" incluye los hidrocarburos normalmente líquidos que hierven hasta aproximadamente 204°C. Se entiende que el límite superior de temperatura, o punto final de ebullición, de la "gasolina" varía de un sitio a otro, y, por tanto, se considera que es 218°C a 232°C. No obstante, para los fines de la presente invención, se considera que los "hidrocarburos de gasolina normalmente líquidos" comprenden los butanos, y tiene un punto final de ebullición nominal de 204°C.

10

15

20

Se considera que la expresión "presión sustancialmente la misma que.." indica que la presión aplicada a un recipiente particular es la presión aplicada sobre un recipiente situado aguas arriba, previendo solamente la pérdida normal de presión debida a la circulación del fluido, a través del sistema, de un recipiente al otro. Asimismo, la expresión "temperatura sustancialmente la misma que ..." quiere decir que cualquier disminución de temperatura se debe a las pérdidas por radiación que normalmente tienen lugar a causa de la circulación del material, o a causa de la conversión de calor sensible en calor latente, por "vaporización instantánea", en los puntos en que tiene lugar una caída de presión.

25

30

El procedimiento se caracteriza también porque el separador caliente se utiliza fundamentalmente para proporcionar una primera fase de vapor desprovista sustancialmente por completo de material de 566°C y más, concentrando este último en una primera fase líquida. El separador frío, que trabaja a sustancialmente la misma presión que el separador caliente, pero a una temperatura inferior, en el intervalo de 16°C a 60°C, sirve para con



5

10

15

20

25

30

centrar el hidrógeno presente en la primera fase de vapor. Como se ha indicado anteriormente, hay disponible, para su empleo como corriente de recicló que ha de ser combinada con el material de alimentación fresco del aceite negro, una segunda fase de vapor rica en hidrógeno, que comprende aproximadamente 82,5% molar de hidrógeno, y sólo aproximadamente 2,3% molar de propano e hidrocarburos más pesados. La fase líquida procedente del separador frío comprende aproximadamente 66,7% en volumen de butanos e hidrocarburos más pesados, y contiene sólo aproximadamente 1,9% en volumen de material que hierve en el intervalo de 343°C a 566°C.

La zona caliente de vaporización instantánea trabaja a una temperatura sustancialmente igual a la del separador caliente, pero a una presión significativamente menor, de menos de 13,6 atmósferas manométricas. Este recipiente sirve fundamentalmente para concentrar los hidrocarburos de 204°C y más en una tercera fase líquida, produciendo también al mismo tiempo una tercera fase de vapor sustancialmente desprovista del material de 566°C y más, y que contiene sólo una proporción muy pequeña de hidrocarburos de 343°C - 566°C. Para asegurarse de que los materiales asfálticos que no han reaccionado presentes - en el efluente de producto de conversión no contaminan el material de la tercera fase de vapor, con la consecuencia de que lleguen a obstruirse varias instalaciones de fraccionamiento situadas aguas abajo, la zona caliente de vaporización instantánea está provista de una capa de malla, o pantalla separadora de nieblas, por debajo de la cual es introducida la primera fase, principalmente lí-



quida (procedente del separador caliente). Como la zona caliente de vaporización instantánea se hace trabajar a una presión sustancialmente reducida (reducida, por ejemplo, desde aproximadamente 177 atmósferas a 4,4 atmósferas), y a una temperatura ligeramente inferior a aproximadamente 399°C, el material que penetra en el recipiente es vaporizado instantáneamente, con el resultado de que los materiales asfálticos tienen tendencia a ser -  
arrastrados hacia arriba con la tercera fase, principalmente de vapor. Como las instalaciones siguientes de separación y fraccionamiento son mantenidas a temperaturas significativamente inferiores, la vaporización instantánea continua de estos materiales asfálticos causa finalmente, por lo general, la obstrucción de las conducciones, equipo de cambio de calor, y similares. Para oponer se a esto, se dispone o inserta una capa de malla, en el interior de la zona caliente de vaporización instantánea, en un lugar situado por encima del punto en que se introduce la primera fase líquida. Los materiales asfálticos sometidos a la vaporización instantánea no pueden pasar a través de la pantalla, y de este modo no contaminan al material que hierve hasta aproximadamente 566°C, evitando así un funcionamiento defectuoso de las consiguientes instalaciones empleadas para dividir el producto en las fracciones deseadas.

La tercera fase líquida, que contiene más de 95,0% en moles de material de 204°C y más, es separada después para concentrar los materiales asfálticos en una fracción de residuo, y para preparar un aceite de lavado utilizado para separar continuamente los materiales asfál



5. ticos retenidos en la capa de malla dispuesta en la zona caliente de vaporización instantánea. Como se indica más adelante en la Memoria al describir el dibujo, esto se consigue probablemente del mejor modo empleando una columna de vacío que trabaja a presión inferior a la atmosférica, de 100 mm. Hg., o menos. De este modo, el residuo asfáltico es recuperado en forma de corriente de colas - sustancialmente desprovista de hidrocarburos destilables. Y lo que es más importante, se prepara fácilmente la clase o tipo apropiado de aceite de lavado. Como la zona caliente de vaporización instantánea está siendo hecha trabajar a una temperatura superior a 371°C, y preferiblemente algo inferior a 399°C, el propio aceite de lavado ha de ser normalmente líquido a esta temperatura. Es decir, ha de ser de tal naturaleza que permanezca en estado líquido en la zona caliente de vaporización instantánea, de tal forma que, como corriente líquida pesada, tiende a caer a través de la capa de malla y a ser separada con la fase líquida. Al hacer ésto, el aceite de lavado, que tiene una alta capacidad para los materiales asfálticos, los separa de la capa de malla, y los lleva a la columna de vacío, en la que son separados del procedimiento en el residuo. El aceite de lavado preparado por medio del procedimiento de la presente invención puede identificarse como un gasoil pesado, o, ya que se prefiere emplear una columna de vacío como cuarta zona de separación, como gasoil pesado de vacío (GOFV). La cantidad empleada como reciclo a la zona caliente de vaporización instantánea, en un punto situado por encima de la capa de malla, es preferiblemente de entre 1,0% y aproximadamente 10,0% en volu-

5.

10.

15.

20

25

30



men, con respecto al gasoil pesado total producido. Como  
definición, un gasoil pesado de vacío es la parte de 70-  
80 por ciento en volumen, de punto de ebullición superior,  
del total de gasoil, incluyendo éste último la parte con-  
siderada en la técnica como gasoil ligero de vacío (GOLV).  
Un intervalo de ebullición comúnmente empleado para el -  
gasoil incluye un punto inicial de ebullición de 343°C y  
un punto final de ebullición de aproximadamente 566°C.  
El 70-80% en volumen del mismo, de superior punto de ebu-  
llición, el gasoil pesado, se considera caracterizado nor-  
malmente por un punto inicial de ebullición de aproxima-  
damente 399°C. Se considera, naturalmente, que un "gasoil  
ligero de vacío" puede tener un punto inicial de ebulli-  
ción tan bajo como 260°C y un punto final de ebullición  
tan elevado como aproximadamente 427°C. De modo similar,  
el "gasoil pesado de vacío" puede tener un punto inicial  
de ebullición tan bajo como 371°C.

Así pues, el procedimiento de separación descri-  
to en la presente Memoria da como resultado cinco corrien-  
tes principales diferentes de productos. Una primera co-  
rriente de producto es una fase principalmente gaseosa -  
que contiene más de aproximadamente 80,0% en volumen de  
hidrógeno; por lo tanto, es empleada ventajosamente como  
corriente de reciclo para proporcionar una parte del hi-  
drógeno requerido en la zona de conversión. Se obtiene -  
una segunda corriente de producto principalmente líquido  
combinando la segunda fase líquida procedente del separa-  
dor frío y la tercera fase de vapor (preferiblemente des-  
pués de haber sido enfriada adecuadamente) procedente de  
la zona caliente de vaporización instantánea, y comprende



más de aproximadamente 60,0% de butanos e hidrocarburos más pesados. Como se indica más adelante en la Memoria, esta corriente puede ser convenientemente tratada y/o fraccionada, con el fin de recuperar varias fracciones componentes de la misma.

Una tercera corriente de producto es el gasoil pesado de vacío, del que una parte es reciclada como aceite de lavado a la zona caliente de vaporización instantánea. El resto puede ser combinado, si se desea, con la cuarta corriente de producto, que es la fracción de gasoil ligero de vacío. La quinta corriente de producto es el residuo asfáltico.

De la breve descripción anterior, los expertos en la técnica del tratamiento del petróleo deducirán fácilmente que la presente invención comprende una serie de operaciones, que forman un todo homogéneo, para la separación de un efluente de producto de reacción en fase mixta, lo que da como resultado un procedimiento de conversión de aceite negro, de una forma sencilla, económica y única. Generalmente se considera que la conversión de los aceites negros cumple fundamentalmente dos objetos: en primer lugar, desulfurar el aceite negro en el grado exigido por el resultado final deseado, ya sea hacer máximo el rendimiento de fueloil o los hidrocarburos de intervalo de ebullición de la gasolina; en segundo lugar, se pretende producir "hidrocarburos destilables", que son los hidrocarburos normalmente líquidos (incluyendo los pentanos, y, para los fines de la presente invención, los butanos), que tienen puntos de ebullición inferiores a aproximadamente 566°C. Se considera que las condiciones



de conversión incluyen temperaturas superiores a aproximadamente 316°C, con un límite superior de aproximadamente 427°C, medidas a la entrada en el lecho fijo de catalizador colocado en la zona de reacción. Como la mayoría de las reacciones que se llevan a cabo son exotérmicas, el efluente de la zona de reacción está a una temperatura superior. Para proteger la estabilidad del catalizador, generalmente se prefiere controlar la temperatura de entrada en un valor tal que la temperatura del efluente del producto de reacción no sobrepase los 510°C. Se mezcla hidrógeno con el material de alimentación de aceite negro, por medio de un reciclo por compresión, en una proporción usualmente inferior a 1780 litros en condiciones normales/litro, a la presión de trabajo seleccionada; preferiblemente, el hidrógeno está presente en la fase gaseosa de reciclo en una proporción de aproximadamente 80,0% o más. Un intervalo preferido de la cantidad de hidrógeno que es mezclado con el material de alimentación de aceite negro fresco es desde aproximadamente 535 a aproximadamente 1424 litros en condiciones normales/litro. La zona de la reacción de conversión es mantenida a una presión mayor de aproximadamente 68 atmósferas manométricas, generalmente con un límite superior de aproximadamente 272 atmósferas manométricas. El aceite negro pasa a través del catalizador a una velocidad espacial horaria de líquido (definida como el volumen de material de alimentación de hidrocarburo líquido, medido a 15,6°C, por volumen de catalizador dispuesto en la zona de reacción), de desde aproximadamente 0,25 a aproximadamente 2,0.

Como se ha expuesto anteriormente, se emplea

26 MAR



5. hidrógeno en mezcla con el material de alimentación. La fase gaseosa que contiene hidrógeno, denominada a veces en la Memoria "hidrógeno de recicló", ya que convenientemente es reciclada por fuera de la zona de conversión, cumple varias funciones; sirve como agente hidrogenante, como portador de calor, y particularmente como medio para arrastrar material convertido de los puntos catalíticamente activos, en provecho del material de alimentación hidrocarbonado no convertido entrante. Dado el hecho de que se efectúa cierta hidrogenación, hay un consumo neto de hidrógeno; para compensarlo, ha de añadirse hidrógeno al sistema a partir de una fuente exterior. El compuesto catalítico situado en el interior de la zona de reacción es usualmente un componente metálico que posee actividad de hidrogenación, mezclado con un material de soporte de óxido inorgánico refractario, bien de origen natural o sintético. La composición y el método de fabricación del compuesto catalítico no son elementos esenciales del procedimiento de la presente invención.

10.  
15.  
20. Se darán otras condiciones y técnicas de trabajo preferidas en conjunción con la siguiente descripción de una realización que comprende el procedimiento de separación de la presente invención. Al describir más adelante este procedimiento, se hace referencia a la FIGURA -  
25. anexa, que se da con el único fin de ilustrar la invención. En el dibujo se presenta la realización por medio de un diagrama de flujo simplificado, en el que han sido omitidos los detalles tales como las bombas, instrumentación y aparatos de control, circuitos de cambio y de recuperación de calor, juegos de válvulas, conducciones de  
30.



arranque y equipo auxiliar general, ya que no son esenciales para la comprensión de las técnicas implicadas. El empleo de estos varios servicios y aparatos auxiliares en un sentido que modifique el diagrama de flujo ilustrado del procedimiento, está al alcance de los expertos en la técnica.

5

Con el fin de mostrar la realización ilustrada, el dibujo será descrito en relación con la conversión de un residuo de vacío que tiene un peso específico de 1,008 a 15,6°C y una temperatura de destilación del 20,0% en volumen de 568°C. Además, en la descripción se estudia una unidad de tamaño comercial que tiene una capacidad de aproximadamente 1590 m<sup>3</sup>/día de material de alimentación fresco. Ha de entenderse que el material de alimentación, las composiciones de las corrientes, condiciones de trabajo, diseño de los fraccionadores, separadores y similares, se dan sólo como ejemplo, y pueden ser variados ampliamente sin apartarse del espíritu de la invención. Las demás propiedades del material de alimentación se presentan en la siguiente TABLA I.

15

20

TABLA I : PROPIEDADES DEL RESIDUO DE VACIO

Peso específico (15,6°C)	1,008
Destilación, °C:	
Punto inicial de ebullición	336
2%	460
5%	510
10%	538
20%	568
Azufre, % en peso	3,0
Nitrógeno, ppm. totales	4300
Insolubles en heptano; % en peso	6,5

25



26

Se pretende convertir este residuo de vacío en 80,0% en peso de productos hidrocarbonados recuperables por técnicas convencionales de destilación en las instalaciones de fraccionamiento empleadas comúnmente. Además, se pretende conseguir este objetivo con una producción mínima de metano y etano, y una pérdida mínima de propano en forma de producto gaseoso residual. Un objetivo que se desprende del anterior es hacer máxima la recuperación de hidrocarburos normalmente líquidos, incluyendo los butanos. El residuo de vacío es sometido a tratamiento en una zona de conversión catalítica de lecho fijo, en mezcla con 890 litros en condiciones normales de hidrógeno por litro, a una presión de entrada de aproximadamente 184 atmósferas absolutas y una temperatura de entrada de aproximadamente 427°C. La velocidad espacial horaria de líquido, con respecto al material de alimentación líquido fresco solamente, es de 0,5, y la relación de material de alimentación combinado con respecto a material de alimentación líquido total es de 2,0.

5

10

15

20

25

30

Haciendo ahora referencia al dibujo, el efluente de producto de conversión de aceite negro, en fase mixta, y conteniendo aproximadamente 9,4% en peso de residuo asfáltico, es introducido en el separador caliente 3 a través de la conducción 1, y después de haber sido mezclado con corriente de reciclo del separador caliente en la conducción 2. Las condiciones del efluente de producto, a la salida de la zona de conversión, son una temperatura de aproximadamente 468°C y una presión manométrica de aproximadamente 173 atmósferas. Antes de entrar en el separador caliente 3, los 141.700 kg/h de efluente de la



zona de conversión son empleados como medio de cambio -  
de calor para disminuir su temperatura, y después es com  
binado con 64.400 kg/h. de reciclado del separador calien-  
te. Este último, después de su empleo como medio de cam-  
bio de calor, está a una temperatura de aproximadamente  
204°C. Por tanto, la temperatura del total de material -  
que entra en el separador 3 es de aproximadamente 399°C,  
siendo la presión de aproximadamente 172 atmósferas mano-  
métricas. A través de la conducción 5 se separa una fase  
principalmente de vapor, en una cantidad de aproximadamen-  
te 27.400 kg/h., y es introducida en un condensador 5,  
mientras que un total de aproximadamente 60.750 kg/h. es  
reciclada, estando aún caliente (aproximadamente 468°C),  
siendo llevada a la zona de conversión juntamente con el  
material de alimentación fresco. No obstante, como esto  
no constituye un elemento esencial del procedimiento de  
separación de la invención, este sistema de reciclado no  
está ilustrado en el dibujo. Como se ha indicado anterior-  
mente, 64.400 kg/h. son desviados a través de la conduc-  
ción 2, y, después de su empleo como medio de cambio de  
calor, con lo que su temperatura se hace disminuir hasta  
aproximadamente 204°C, continúa a través de la conducción  
citada hasta combinarse con el efluente del producto de  
conversión en la conducción 1.

En la Tabla II siguiente se presenta el análi-  
sis de las varias corrientes implicadas en la función y  
el funcionamiento del separador caliente 3. Por convenien-  
cia, las cantidades se dan en moles/h. para el efluente  
del producto de conversión que entra en el separador ca-  
liente (conducción 1), para la primera fase de vapor -



(conducción 4) y para la fase líquida neta que va a la zona caliente 12 de vaporización instantánea (conducción 11).

TABLA II: ANALISIS DE LAS CORRIENTES DEL SEPARADOR CALIENTE

5	<u>Conducción Nº</u>	<u>1</u>	<u>4</u>	<u>11</u>
	Componente, moles/h.			
	Amoníaco	17	17	---
	Nitrógeno	31	29	1,0
	Sulfuro de hidrógeno	247	217	13,7
10	Hidrógeno	4125	3834	160,0
	Metano	594	539	26,4
	Etano	129	108	9,8
	Propano	110	93	8,5
	Butano	68	55	6,2
15	Pentano	31	23	3,4
	Hexano - 204°C	148	93	26,5
	204°C - 343°C	215	53	75,8
	343°C - 566°C	308	5	142,4
	566°C - y más	96	---	45,2
20	Totales:	6169	5066	518,9

No se da ningún análisis de la corriente de reciclo del separador caliente de la conducción 2; este material permanece sustancialmente inalterado, siendo determinada la cantidad real por medio de la temperatura del material total que entra en el separador caliente 3.

La fase de vapor de la conducción 4 (27.400 kg/h) es enfriada y parcialmente condensada en el conden-



sador 5, y entra, a través de la conducción 6, en el separador frío 7. En la presente ilustración, el material separado como corriente acuosa sulfurosa se encuentra en la cantidad de aproximadamente 168 kg/h., sin incluir el agua de lavado.

Una fase gaseosa rica en hidrógeno, en una cantidad de 12.650 kg/h., es descargada del separador 7 a través de la conducción 8, y por medio de dispositivos compresores no mostrados, y de este modo es reciclada a la zona de la reacción de conversión. A través de la conducción 9 es descargada una fase líquida neta, en una cantidad de 14.620 kg/h. En la TABLA III siguiente se dan los análisis de las corrientes componentes de la fase gaseosa rica en hidrógeno (conducción 8) y la segunda fase, principalmente líquida (conducción 9).

TABLA III: ANALISIS DE LAS CORRIENTES DEL SEPARADOR FRIO

Conducción Nº	8	9
Componente, moles/h.		
Amoniaco	---	---
Nitrógeno	27	2
Sulfuro de hidrógeno	136	81
Hidrógeno	3700	134
Metano	452	87
Etano	74	34
Propano	58	35
Butano	30	25
Pentano	9	14
Hexano 204°C	7	86
204°C - 343°C	---	53
343°C - 566°C	---	5
566°C - y más	---	---
Totales:	4493	556



5 Como se indica en la Tabla, el separador frío 7 produce una fase gaseosa que comprende aproximadamente 82,5 moles % de hidrógeno. Ha de indicarse también que esta corriente contiene solamente 2,3% aproximadamente, en volumen, de propano e hidrocarburos más pesados. Al analizarla - posteriormente, se observa que el punto final de ebullición del material de "hexano-204°C" de la conducción 8 es de 149°C.

10 La primera fase líquida que se encuentra en la conducción 11 entra, a través de la misma, en la zona - caliente 12 de vaporización instantánea, que tiene dis- puesta en su interior la pantalla o capa de malla 13. El material, a una temperatura de aproximadamente 391°C, es introducido en un punto situado por debajo de la capa de malla 13. También se introducen en la zona caliente 12 de vaporización instantánea, en un punto situado por encima de la capa 13 de malla, 968 kg/h de un gasoil pesado de vacío procedente de la conducción 18, cuya fuente se describe más adelante en la Memoria. Una tercera fase, 20 principalmente de vapor, es descargada a través de la conducción 10, en cantidad de aproximadamente 8330 kg/h., y es mezclada con la fase líquida de la conducción 9, como una de las corrientes de producto del procedimiento de la presente invención. Una tercera fase líquida, en cantidad 25 de 46.300 kg/h, que contiene los materiales asfálticos - que no han reaccionado, es separada a través de la conducción 14, y penetra, a través de la misma, en la columna 15 de vacío. En la TABLA IV siguiente se dan los análisis de las corrientes componentes de la fase de vapor procedente de la zona caliente de vaporización instantánea - 30

26 MAR



(conducción 10) y la fase líquida del mismo origen (conducción 14) que entra en la columna 15 de vacío. En esta última están incluidos 4,4 moles/h. (968 kg/h) de GOPV (gasoil pesado de vacío), que es introducido por encima de la capa de malla 13. Por conveniencia, el análisis de la mezcla de la segunda corriente de líquido (conducción 9) y la fase de vapor (conducción 10) se indica en la TABLA con la denominación "conducción 9-10".

TABLA IV: ANALISIS DE LAS CORRIENTES DE LA ZONA DE VAPORIZACION INSTANTANEA

Conducción Nº	10	14	9-10
Componente, moles/h			
Amoniaco	---	---	---
Nitrógeno	1,0	---	3,0
Sulfuro de hidrógeno	13,5	0,2	94,5
Hidrógeno	158,4	1,6	292,4
Metano	26,1	0,3	113,1
Etano	9,5	0,3	43,5
Propano	8,2	0,3	43,2
Butano	5,9	0,3	30,9
Pentano	3,2	0,2	17,2
Hexano 204°C	23,0	3,5	109,0
204°C - 343°C	40,4	35,4	93,4
343°C - 566°C	11,0	135,8	16,0
566°C - y más	---	45,2	---
Totales:	300,2	223,1	856,2

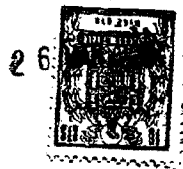
De los datos presentados en la TABLA IV se deduce que la corriente de producto combinada como conducciones 9 y 10



5  
10  
15  
20  
25  
30

está desprovista de material hidrocarbonado que hierve por encima de aproximadamente 566°C. Asimismo, la corriente líquida de la conducción 14 comprende solamente 1,4 - moles% de pentano y constituyentes hidrocarbonados gaseosos más ligeros. Con respecto a la corriente de producto combinada como "conducciones 9 y 10", se observará que este producto puede ser posteriormente dividido, probablemente después de haber sido condensado, para concentrar los hidrocarburos normalmente líquidos, de tal modo que puedan ser fraccionados sin las dificultades que acompañan a una carga de vapor excesiva de las columnas.

La corriente normalmente líquida principalmente de la conducción 14 es calentada hasta una temperatura de aproximadamente 440°C, y es introducida en la columna 15 de vacío, mantenida a una presión inferior a la atmosférica, de aproximadamente 50,0 mmHg. absolutos. A través de la conducción 18 es descargado un gasoil pesado de vacío, en una cantidad de 26.143 kg/h. ó 118,5 moles/h. De esta cantidad, 4,4 moles/h. (968 kg/h). ó aproximadamente 3,7% en volumen de la misma, continúa a través de la conducción 18, siendo así introducida en la zona 12 caliente de vaporización instantánea, en un punto situado por encima de la capa de malla 13. La parte restante, 114,1 moles/h - (25.175 kg/h), es desviada a través de la conducción 19 como producto de GOPV. El material asfáltico, en una cantidad de aproximadamente 13.320 kg/h., es separado a través de la conducción 16. A través de la conducción 17 es separado un gasoil ligero de vacío, en una cantidad de - aproximadamente 56,2 moles/h. (6.800 kg/h). La cantidad de gas de la columna de vacío que se dirige a las toberas



de vacío, no ilustradas en el dibujo, es de aproximadamente 45 kg/h., y comprende el pentano y la parte más ligera del material de la conducción 14. En la TABLA V siguiente se dan los análisis de las corrientes de componentes del GOPV recuperado como producto (conducción 19) y el producto de GOLV (gasoil ligero de vacío) (conducción 17).

TABLA V: ANALISIS DE LAS CORRIENTES DE LA COLUMNA DE VACIO

<u>Conducción Nº</u>	<u>17</u>	<u>19</u>
Componente, moles/h.		
Hexanos - 204°C	3,5	---
204°C - 343°C	35,4	---
343°C - 566°C	17,3	114,1
566°C - y más	---	---
Totales:	56,2	114,1

La composición del GOPV descargado a través de la conducción 19 y del GOLV de la conducción 17 se indican en la siguiente tabla:

TABLA VI: ANALISIS DEL PUNTO DE EBULLICION DE LOS GASOILS PESADOS Y LIGEROS DE VACIO (tantos por ciento en volumen)

<u>Intervalo de ebullición</u>	<u>GOPV</u>	<u>GOLV</u>
Hexano a 121°C	---	0,5
121°C a 177°C	---	2,3
177°C a 232°C	---	3,4
232°C a 343°C	---	26,9
343°C a 399°C	12,5	36,1
399°C a 454°C	29,0	30,8



<u>Intervalo de ebullición</u>	<u>GOPV</u>	<u>GOLV</u>
454º a 510ºC	30,3	---
510 a 566ºC	28,2	---
	100,0	100,0

El 3,7% en volumen de GOPV que continúa a través de la conducción 18 como aceite de lavado para la capa de malla 13 tiene la misma composición dada anteriormente para el producto de GOPV. Su aplicación con éxito para mantener limpia la capa de malla es demostrada por el hecho de que la parte de 343º - 566ºC de la tercera fase de vapor en la conducción 10 (11,0 moles/h.) tiene las siguientes propiedades de ebullición:

TABLA VII

(Tantos por ciento en volumen)

343º - 399ºC	69,0
399º - 454ºC	25,4
454º - 510ºC	4,6
510º - 566ºC	1,0
	100,0

Como se indica en la anterior TABLA IV, esta corriente no contiene hidrocarburos que hierven a más de 566ºC.

En la Memoria descriptiva precedente, y particularmente en la descripción del dibujo anexo, se indica el procedimiento de separación de la presente invención, adaptado a un tratamiento de aceite negro, y demuestra claramente el método por el cual es preparado aceite de



lavado reciclado interiormente.

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, con fecha 30 de Diciembre de 1.966, bajo el número 606.107, se acoga a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto - sobre Propiedad Industrial.

5

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:

10

1.- Un procedimiento para separar un efluente de producto de conversión hidrocarbonado de fase mixta, que contiene hidrocarburos que hierven por encima de - aproximadamente 566°C, que comprende las operaciones de: (a) separar dicho efluente en una primera zona de separación a una temperatura superior a aproximadamente 371°C y una presión manométrica superior a aproximadamente 68 atmósferas, para proporcionar una primera fase de vapor y una primera fase líquida; (b) enfriar dicha primera - fase de vapor, introducirla en una segunda zona de separación a una temperatura inferior a aproximadamente 60°C y una presión sustancialmente igual a la de dicha primera zona de separación, y separar en ella una segunda fase - de vapor rica en hidrógeno y una segunda fase líquida que comprende principalmente propano e hidrocarburos normal-

15

20

25



mente líquidos más pesados; (c) introducir al menos una parte de dicha primera fase líquida, a una presión manométrica inferior a aproximadamente 13,6 atmósferas, en una tercera zona de separación, en un punto situado bajo una capa de malla que se extiende a través de una parte superior de dicha tercera zona de separación, y separar en ella una tercera fase de vapor y una tercera fase líquida que contiene hidrocarburos que hierven por encima de 566°C; (d) introducir dicha tercera fase líquida en una cuarta zona de separación, a una temperatura superior a aproximadamente 371°C y una presión inferior a la atmosférica, y separar en ella una fracción residual que contiene hidrocarburos que hierven por encima de aproximadamente 566°C, y una fracción de gasoil pesado que hierve por debajo de aproximadamente 566°C, y (e) introducir una parte de dicha fracción de gasoil pesado en dicha tercera zona de separación, en un punto situado por encima de dicha capa de malla.

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado además porque la parte de dicho gasoil pesado introducida en la tercera zona de separación se encuentra en una proporción de desde aproximadamente 1,0% a aproximadamente 10,0% en volumen, con respecto a la fracción de gasoil pesado.

3.- Un procedimiento según la reivindicación 2, caracterizado porque la parte de gasoil pesado introducida en el tercer separador representa de 3% a 8% en volumen, con respecto a la fracción de gasoil pesado.

4.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado además porque la pri



mera zona de separación es mantenida a una temperatura en el intervalo desde aproximadamente 371°C hasta aproximadamente 399°C, y una presión en el intervalo desde - aproximadamente 68 a aproximadamente 272 atmósferas manométricas.

5

5.- Un procedimiento según la reivindicación 4, caracterizado además porque el efluente del producto de conversión, antes de su introducción en la primera zona de separación, es enfriado desde una temperatura superior hasta una temperatura en el intervalo desde - 371°C hasta 399°C, mezclando con él una parte reciclada y enfriada de la primera fase líquida.

10

6.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado además porque la segunda zona de separación es mantenida a una temperatura de desde aproximadamente 16°C hasta aproximadamente 60°C, y a una presión de desde 68 a aproximadamente 272 atmósferas manométricas.

15

7.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado además porque dicha cuarta zona de separación es mantenida a una presión inferior a la atmosférica de menos de 100 mm. Hg absolutos.

20

8.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado además porque el efluente del producto de conversión contiene hidrógeno, sulfuro de hidrógeno, hidrocarburos normalmente gaseosos e hidrocarburos normalmente líquidos.

25

9.- Un procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado además porque el efluente del producto de conversión comprende el efluente procedente de un pro

30



cedimiento de conversión en el que un aceite negro es sometido a un tratamiento de craqueado hidrogenante y refinado hidrogenante.

5  
10  
15  
20  
25  
30

10.- Un procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado además porque un efluente de producto de conversión de aceite negro que contiene hidrógeno, sulfuro de hidrógeno, amoníaco, hidrocarburos normalmente gaseosos que incluyen metano, etano y propano, hidrocarburos normalmente líquidos que hierven en el intervalo de la gasolina, hidrocarburos de destilados medios, hidrocarburos del intervalo de ebullición del gasoil, y material hidrocarbonado que hierve por encima de 566°C, es separado en la primera zona de separación a una temperatura en el intervalo desde 371°C hasta 399°C, y una presión manométrica en el intervalo desde 68 a 272 atmósferas, para proporcionar una primera fase de vapor desprovista sustancialmente por completo de material de 566°C y más, y una primera fase líquida que contiene una proporción importante de hidrógeno y sustancialmente todo el material de 566°C y más presente en dicho efluente de producto; es enfriada dicha primera fase de vapor, y condensada parcialmente sin reducción sustancial de presión, es introducida en la segunda zona de separación a una temperatura en el intervalo desde 16° a 60°C, y separada en ella para dar una segunda fase de vapor que contiene más de 80% en volumen de hidrógeno, que es reciclada al procedimiento de conversión del aceite negro, y la tercera fase de vapor separada en la tercera zona de separación está sustancialmente desprovista de material de 566°C y más, y contiene solamente una proporción muy pequeña



de hidrocarburos de 343° - 566°C.

5  
10  
15  
20  
25  
30  
35  
40  
45  
50  
55  
60  
65  
70  
75  
80  
85  
90  
95  
100

11.- Un procedimiento según la reivindicación 10, caracterizado además porque la tercera fase de vapor y la segunda fase líquida son combinadas para formar una corriente de producto que contiene más de 60% de butanos e hidrocarburos más pesados.

12.- Un procedimiento para separar un efluente de producto de conversión hidrocarbonado de fase mixta.

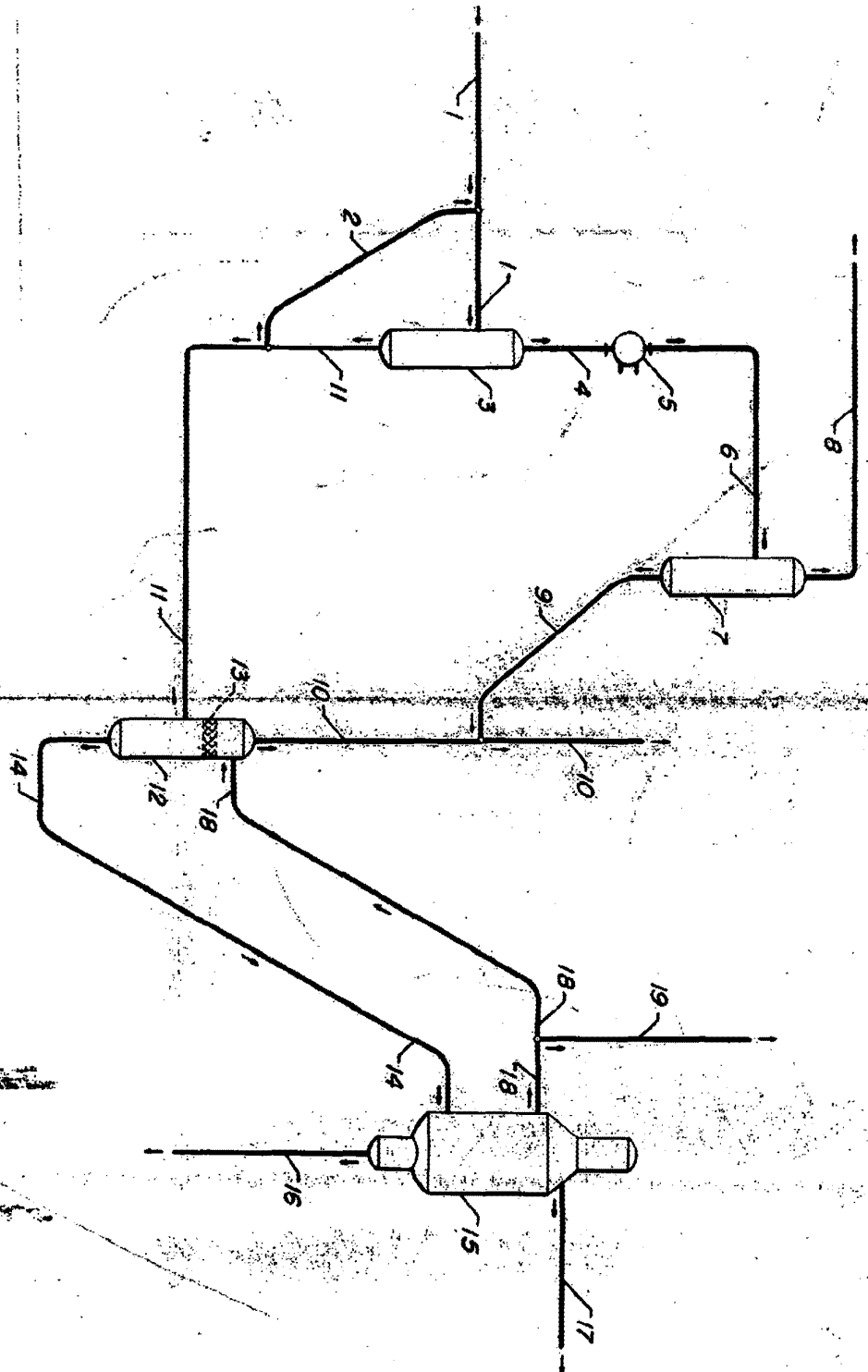
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan, y con los fines que se han especificado.

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

Madrid, 26 de Mayo de 1968

P. A.

Alberto de Echeburu  
Per Pujol



Albertus G. Elzerman

