

P.- 40.535

Case 1237

362434

1969

Memoria descriptiva



Int. Cl.⁴ C10G 21/28

para solicitar PATENTE DE INVENCION

por 20 años

a nombre de UNIVERSAL OIL PRODUCTS COMPANY, INC.

SECCION TECNICA
CLASE B 01
CLASE D

entidad / ~~de nacionalidad~~ norteamericana

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

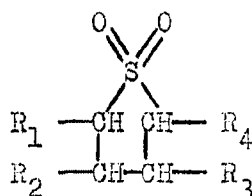
por: "UN PROCEDIMIENTO PARA RECUPERAR UN DISOLVENTE SOLUBLE
EN AGUA" (Clase Internacional C10g BOLD).



La presente invención se refiere a la extracción de hidrocarburos aromáticos, con disolvente, de un material de carga hidrocarbonado. Más en particular, la presente invención se refiere a la recuperación del disolvente a partir del refinado parafínico producido por tal extracción de hidrocarburos aromáticos con disolvente, mediante un procedimiento de extracción secundaria.

Es bien sabido en la técnica que el refinado parafínico que sale de la zona de extracción de un procedimiento de extracción de hidrocarburo aromático contiene disolvente. El disolvente que se seca con la corriente de refinado ha de ser recuperado, ya que puede interferir con el tratamiento posterior del refinado, o con su uso. Además, la pérdida continua de disolvente en la corriente de refinado es un gasto económico prohibitivo en el procedimiento de extracción de aromáticos. La recuperación del disolvente, a partir de la corriente de refinado, se puede efectuar por destilación, adsorción, o por un procedimiento secundario de extracción con disolvente.

Un disolvente típico que se utiliza en la extracción comercial de aromáticos, y que se puede recuperar según la práctica de la presente invención, es un disolvente del tipo del sulfolán. Este disolvente posee un anillo de cinco miembros que contiene un átomo de azufre y cuatro átomos de carbono, con dos átomos de oxígeno unidos al átomo de azufre del anillo. Generalmente, los disolventes del tipo del sulfolán se pueden definir como los que tienen la siguiente fórmula estructural:

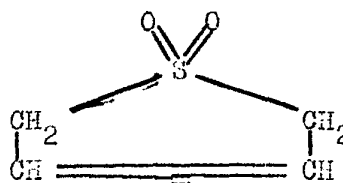
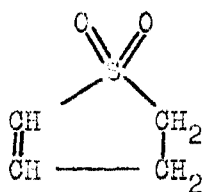


5

donde R_1 , R_2 , R_3 , y R_4 se eligen independientemente de entre hidrógeno, un grupo alcoholo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, un radical alcoxilo que tiene de 1 a 8 átomos de carbono, y un radical arilalcoholo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono en el sustituyente alcoholo. Otros disolventes que se pueden incluir en el procedimiento de la presente invención son los sulfolenos, tales como el 2-sulfoleno o 3-sulfoleno, que tienen las siguientes estructuras:

10

15



20

2-sulfoleno

3-sulfoleno

25

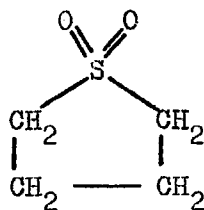
Otros disolventes típicos que tienen gran selectividad para separar hidrocarburos aromáticos de no aromáticos, y que se pueden tratar dentro del ámbito de la presente invención, son el 2-metilsulfolán, 2,4-dimetilsulfoleno, éter metil 2-sulfonílico, n-aril-3-sulfonilamina, acetato de 2-sulfonilo, dietiléneglicol, diversos polietiléneglicoles, dipropiléneglicol, diversos polipropiléneglicoles, y sulfóxido de dimetilo, N-metilpirrolidona. El producto químico disolvente preferido específicamente, que se puede tra-

30



tar según la presente invención, es el sulfolán, que tiene la siguiente fórmula estructural:

5



10

15

20

Debido a que los disolventes típicos que se utilizan en la extracción de aromáticos son solubles en agua, la práctica ha sido extraer el disolvente de la corriente de refinado por contacto con una corriente acuosa, en una operación posterior de extracción. La extracción del disolvente con agua, a partir del refinado, se puede emplear en cualquier dispositivo de contacto líquido-líquido adecuado. Entre tales dispositivos se incluyen torres que contienen un relleno adecuado, tal como sillas Berl o anillos Raschig, o torres que contienen platos adecuados, o contactores de discos rotatorios. Después se puede recuperar fácilmente el disolvente, de la solución acuosa, por destilación.

25

30

Sin embargo, en las unidades comerciales de extracción de aromáticos se ha hallado que la recuperación de disolvente a partir del refinado, por extracción con agua, no corresponde a la recuperación que se puede prever tomando como base los datos de solubilidad, correlacionados con una eficacia razonable del extractor. Por ejemplo, se ha hallado que la pérdida de sulfolán en el producto refinado es de 5 a 8 veces mayor de lo previsto. Esta magnitud de pérdida está muy por encima de lo que es económicamente deseable.



En la técnica, es evidente el proporcionar etapas físicas adicionales en el extractor por agua, para conseguir la recuperación deseada del disolvente sulfolán. Tal solución al problema de la mala eficacia de la extracción es técnicamente factible, pero no es una solución preferida, ya que requiere que el número de etapas físicas en el extractor por agua ha de ser más del doble. Esta es una solución prohibitivamente antieconómica, en particular cuando la unidad comercial está ya en funcionamiento y es imposible modificar la instalación existente para proporcionar las etapas de contacto adicionales requeridas. Por tanto, la solución preferida para el problema es someter la corriente de refinado, rica en disolvente, a condiciones tales que hagan que la corriente de refinado se pueda someter a extracción más fácilmente en los dispositivos de extracción por agua existentes.

Por tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar un procedimiento para recuperar disolvente soluble en agua, a partir de una corriente de refinado parafínico, con un dispositivo de extracción por agua que contiene un número mínimo de etapas físicas, el cual procedimiento hace que la corriente de refinado se pueda someter a extracción más fácilmente.

Se ha hallado ahora que estos objetos se pueden alcanzar poniendo en contacto la corriente de refinado parafínico con una fase acuosa, en una zona de acondicionamiento con gran turbulencia, antes de introducir en el dispositivo de extracción por agua la corriente de refinado que contiene disolvente.

Por tanto, la presente invención proporciona un



procedimiento para recuperar el disolvente soluble en agua contenido en una corriente de refinado, producida en un procedimiento de extracción de compuesto aromático, el cual procedimiento comprende:

5 (a) mezclar dicha corriente de refinado con una primera corriente acuosa, en una zona de acondicionamiento de alta turbulencia;

10 (b) llevar el efluente resultante de la zona de acondicionamiento hasta una zona de extracción por agua, y someter allí dicho efluente a extracción con una segunda corriente acuosa; y

15 (c) recuperar de dicha zona de extracción una corriente acuosa de extracto, que contiene dicho disolvente, y una corriente de refinado sustancialmente exenta de dicho disolvente.

20 En una característica preferida de la presente invención, el efluente de la zona de acondicionamiento se divide, para proporcionar una fase de refinado acondicionado y una fase acuosa rica en disolvente. La fase de refinado acondicionado se lleva luego a la zona de extracción.

Otra característica de la presente invención proporciona la devolución de una porción de la corriente acuosa de extracto a la zona de acondicionamiento, para constituir al menos una porción de la primera corriente acuosa.

25 Aunque la mala recuperación del disolvente sulfolán del refinado, por extracción con agua, puede ser resultado de cualquier número de influencias, se cree que la causa primaria es la presencia de una fase de sulfolán arrastrada dentro de la corriente de refinado. El refinado sale
30 de la zona de extracción de aromáticos a una temperatura



elevada, comprendida entre 66 y 121°C, y normalmente igual a aproximadamente 99°C. Por tanto, la corriente de refinado ha de pasar por un cambiador de calor, y ser enfriada antes de llevarla al extractor por agua para la recuperación del disolvente sulfolán. Al enfriar el refinado desde 99 a 38°C, o menos, la solubilidad del sulfolán en el refinado se reduce desde el intervalo de 1,5 a 2,0 moles por ciento hasta el intervalo de aproximadamente 0,5 a 0,7 moles por ciento. (La solubilidad del sulfolán depende de la temperatura del refinado y el tanto por ciento molar de hidrocarburo aromático contenido en él). Por tanto, a 38°C debe aparecer en la corriente de refinado una fase independiente de disolvente sulfolán.

Sin embargo, las muestras de una corriente de refinado dada, tomadas después de enfriar y antes de su entrada en la columna de extracción por agua, indican frecuentemente que el refinado no es claro y transparente como se preveía, sino más bien nebuloso y translúcido, o incluso opaco. Se cree, que la nebulosidad presente en el refinado es sulfolán que salió de la solución durante la etapa de enfriamiento, pero que no coalesció de manera apropiada para formar una fase de sulfolán nítida, separable de la fase de refinado. Se ha determinado en el laboratorio que esta nebulosidad de gotitas microscópicas de sulfolán no puede coalescer fácilmente dejándolo simplemente reposar la muestra, y que no puede coalescer fácilmente añadiendo gotas dispersadas de agua al refinado, ni haciendo pasar gotas dispersadas de refinado a través de una fase acuosa.

Por tanto, se supone especulativamente que la relativamente mala recuperación de sulfolán del refinado tiene



lugar debido a que la niebla del refinado no coalesce en el extractor por agua. Así, la fase sulfolán libre que es fácilmente soluble en agua permanece dispersada en el refinado, y no entra en contacto con la fase acuosa ni se disuelve. Se cree que a medida que el refinado asciende por el extractor con agua, en forma de fase hidrocarbonada dispersada, el sulfolán disuelto dentro de cada gota de hidrocarburo se difundirá hasta la superficie de la gota, y será transportado a través de la interfase del hidrocarburo y del agua, pasando así a la solución acuosa. Sin embargo, la niebla de gotitas microscópicas de la fase de sulfolán libre, dentro de una gota dada de hidrocarburo refinado, no puede emigrar así y pasar a la solución acuosa. A medida que el sulfolán sale de la solución en hidrocarburo y penetra en la fase acuosa, las gotitas microscópicas de sulfolán entran en solución en la gota de hidrocarburo. La gota de hidrocarburo permanece así saturada de sulfolán, hasta que se disuelven todas las gotitas microscópicas de sulfolán libre. Es solamente entonces cuando la extracción con agua puede ser eficaz para reducir la concentración de sulfolán en el refinado, según los datos de equilibrio conocidos.

Así, el refinado no se puede someter fácilmente a extracción hasta que ha sido liberado de la niebla de gotitas microscópicas de sulfolán. El extractor, que se ha diseñado sobre la base de la solubilidad del sulfolán a 38°C, no puede funcionar de la forma en que se ha diseñado, dado que la presencia de las gotitas microscópicas de la fase de sulfolán, dentro de la fase de refinado, provoca realmente una concentración mayor de sulfolán, que es equi-



valente a la solubilidad original del sulfolán en el refinado a 99°C. El resultado neto es que la concentración de sulfolán, en el refinado que sale del extractor por agua, será de cinco a ocho veces mayor que la concentración de diseño.

5

Se ha descubierto ahora que se puede hacer que el refinado rico en disolvente se pueda someter fácilmente a extracción, poniendo en contacto la corriente de refinado nebuloso con una corriente acuosa, bajo condiciones de gran turbulencia. Se ha hallado ahora en el laboratorio que si se agita violentamente un tubo de refinado nebuloso la niebla no desaparece. Por constituir la niebla de sulfolán solo de 0,8 a 1,5% en moles, la relación entre fase hidrocarburo y fase disolvente libre es tan grande que la niebla de gotitas microscópicas de fase de sulfolán libre no puede coalescer a pesar de la turbulencia. Sin embargo, si el tubo de refinado nebuloso se agita manualmente una o dos veces con un gran volumen de agua, la niebla de sulfolán desaparece inmediatamente en la fase acuosa, dejando una fase de refinado transparente que solo contiene disolvente sulfolán disuelto. La presencia de la fase acuosa libre en la zona turbulenta reduce la relación entre fase de hidrocarburo y fase de no hidrocarburo, lo suficiente para permitir que la niebla de gotitas microscópicas de sulfolán pueda coalescer y ser disuelta por el agua.

10

15

20

25

El efecto equivalente se consigue en el procedimiento de la presente invención haciendo que el refinado parafínico enfriado entre en contacto con una fase acuosa, en una zona de acondicionamiento con gran turbulencia, antes de introducir el refinado, que contiene disolvente, en el

30

13 FEB



dispositivo de extracción por agua. En la práctica de la presente invención, se hace que el refinado que contiene disolvente se pueda someter a extracción más fácilmente cuando la relación entre fase de hidrocarburo y fase de no hidrocarburo, en la zona de acondicionamiento turbulenta, se reduce hasta un nivel comprendido entre 3:1 y aproximadamente 5:1.

El procedimiento de la presente invención se ilustra más en las figuras adjuntas. La fig. 1 representa un diagrama de flujo esquemático que ilustra una realización de la presente invención, y la fig. 2 ilustra otra característica de la presente invención.

Como se indica en la fig. 1, una corriente de refinado no aromático, que contiene disolvente sulfolán en solución, sale de una zona de extracción de aromáticos y entra en el procedimiento de la presente invención mediante una tubería 1, a una temperatura de 66 a 121°C, y usualmente a una temperatura de 93 a 99°C. La corriente de refinado se pone después en contacto con una corriente acuosa de recirculación, que entra a la tubería 1 mediante la tubería 10, procedente del fondo del extractor 6. La corriente mixta entra después en el cambiador de calor 2, en el que se enfría hasta aproximadamente 38°C o menos, y donde abandonan la solución en hidrocarburo aproximadamente los dos tercios del sulfolán disuelto. La corriente enfriada entra luego, por la tubería 3, en un mezclador 4 en serie donde la fase acuosa se pone íntimamente en contacto con la fase de hidrocarburo, bajo condiciones suficientes de turbulencia, y con una relación entre fase de hidrocarburo y fase de no hidrocarburo reducida lo suficiente, para co-



lescer la niebla de disolvente sulfolán libre en la fase acuosa. El mezclador 4 en serie puede comprender un mezclador de hélice o turbina, accionado por motor, o una serie de orificios de mezcla, o cualquier otro aparato de mezcla adecuado, suficiente para proporcionar gran turbulencia y acondicionar así al hidrocarburo refinado para la subsiguiente extracción por agua. La corriente mixta, que comprende la fase de refinado acondicionado y la fase acuosa que contiene sulfolán, sale de los medios 4 de mezcla por la tubería 5, y entra en un dispositivo 6 de extracción por agua, donde el refinado acondicionado se pone en contacto con una corriente acuosa que entra en el extractor 6 por la tubería 7. La corriente acuosa de la tubería 7 puede consistir en agua fresca, pero normalmente está constituida por condensado de vapor de agua de separación, procedente de la unidad del procedimiento de extracción de armáticos. El extractor 6 puede comprender cualquier dispositivo de contacto líquido-líquido, tal como una torre que contenga un relleno adecuado, tal como sillas Berl o anillos Raschig, o una torre que contenga dispositivos de platos adecuados, o un contactor de discos rotatorios. El refinado acondicionado es sometido a extracción mediante la fase acuosa contenida en el extractor 6, y se saca del extractor, por la tubería 8, una corriente de refinado sustancialmente exenta de disolvente sulfolán. Por la tubería 9 sale del extractor 6 una corriente de extracto acuoso que contiene el sulfolán extraído, y una parte de esta corriente se devuelve a la tubería 1 por la tubería 10, constituyendo la corriente acuosa antes especificada. La parte restante de esta corriente acuosa se retira por la tubería 9, y se puede



enviar a un tratamiento posterior para recuperar el disolvente sulfolán contenido en ella.

5 Se puede introducir opcionalmente una corriente acuosa en la tubería 1, por la tubería 11. Esta corriente acuosa se puede obtener de una fuente de suministro de agua fresca, o de la misma fuente que la corriente acuosa de la tubería 7. La corriente acuosa de la tubería 11 será igual de eficaz que la corriente acuosa de la tubería 10, para acondicionar el refinado por eliminación de la niebla de 10 sulfolán, y puede reemplazar parcial o totalmente a la corriente acuosa en circulación de la tubería 10. Sin embargo, se prefiere no introducir agua del exterior por la tubería 11, sino hacer circular la corriente acuosa de la tubería 10, como se ha expuesto en el párrafo precedente.

15 Otra característica de la presente invención se ilustra en la fig. 2. Una corriente de refinado no aromático, que contiene disolvente sulfolán en solución, entra en el procedimiento de la invención mediante la tubería 1', a una temperatura comprendida entre 66 y 121°C, y normalmente a una temperatura de 93 a 99°C. Luego se pone en 20 contacto la corriente de refinado con una corriente acuosa que entra en la tubería 1' mediante la tubería 12', procedente del fondo del extractor 9'. La corriente mixta entra después en el cambiador de calor 2', donde es enfriada hasta aproximadamente 38°C o menos, y donde abandonan la solución en hidrocarburo aproximadamente los dos tercios del 25 sulfolán disuelto. La corriente enfriada entra luego por la tubería 3' en unos medios de mezcla en serie, 4', donde la fase acuosa se pone íntimamente en contacto con la fase de hidrocarburo, bajo condiciones suficientes de turbulencia 30



y con una relación entre fase de hidrocarburo y fase de no hidrocarburo lo suficientemente reducida, para conseguir que no permanezca en el hidrocarburo refinado nada de niebla de disolvente sulfolán libre. El mezclador en serie
5 puede comprender un mezclador de hélice o turbina, accionado por motor, o una serie de orificios de mezcla, o cualquier otro aparato de mezcla adecuado, suficiente para proporcionar gran turbulencia. El efluente de 4' sale por la tubería 5', y entra en el separador 6', donde el refinado
10 acondicionado es separado de la fase acuosa rica en disolvente. La fase acuosa rica en disolvente sale del separador 6' por la tubería 7', y se puede enviar luego a un tratamiento subsiguiente para recuperar el disolvente. La corriente de refinado acondicionado que contiene sulfolán en
15 solución, pero que está exenta de niebla de sulfolán, sale del separador 6' por la tubería 8', y entra en un extractor 9' por agua. El extractor 9' puede comprender cualquier dispositivo adecuado de contacto líquido-líquido. Por ejemplo, el extractor puede comprender una torre que contenga
20 un relleno adecuado, tal como sillas Berl o anillos Raschig, o una torre que contenga dispositivos de platos adecuados o un contactor de disco rotatorio. Por la tubería 10' entra en el extractor 9' una corriente acuosa, que puede comprender agua fresca, pero que normalmente se deriva de la
25 unidad del procedimiento de extracción de aromáticos, y extrae el disolvente sulfolán del refinado acondicionado. El refinado resultante, sustancialmente exento de disolvente, sale del extractor por la tubería 11'. Por la tubería 12' sale del extractor una corriente acuosa que contiene sulfolán, y al menos una parte de esta corriente acuosa se de-
30



vuelve a la tubería 1' por la tubería 12', como se ha mencionado antes. Si se desea hacer circular solo una parte de la corriente acuosa de la tubería 12', y reducir así el tamaño del separador 6', la porción que no va a circular se puede retirar de la tubería 12' mediante la tubería 13'. La porción que no ha circulado se puede combinar luego con la corriente acuosa de la tubería 7', y enviar a un tratamiento posterior para recuperar disolvente sulfolán.

Una modificación del procedimiento de la invención, según se ilustra en la fig. 2, es la introducción de una corriente acuosa en la tubería 1' mediante la tubería 14'. Esta corriente acuosa se puede derivar de una fuente de suministro de agua fresca, o se puede obtener de la misma fuente que la corriente de la tubería 10'. La corriente acuosa de la tubería 14' será tan eficaz como la corriente acuosa de la tubería 12', para acondicionar el refinado por eliminación de la niebla de sulfolán, y puede reemplazar parcial o totalmente a la corriente acuosa en circulación de la tubería 12'. Sin embargo, se prefiere no introducir ninguna corriente acuosa por la tubería 14', sino hacer circular la corriente acuosa de la tubería 12', como se ha expuesto en el párrafo precedente.

Por referencia a los siguientes ejemplos se obtendrá una comprensión mejor de la eficacia del procedimiento de la invención. El ejemplo 1 describe un sistema comercial para recuperar sulfolán de un refinado parafínico mediante métodos de la técnica anterior. El ejemplo 2 ilustra los beneficios derivados por la práctica de la presente invención, en una realización preferida, para el mismo sistema comercial.



Ejemplo 1

El refinado parafínico de una unidad de un procedimiento de extracción de aromáticos entra en el procedimiento de la fig. 1 en cantidad de 63.100 litros/hora (a 15,6°C). El refinado comprende especies hidrocarbonadas que tienen aproximadamente de 6 a 8 átomos de carbono por molécula, y tiene un peso molecular efectivo igual a 93,2, debido a la presencia de disolvente sulfolán disuelto. El refinado tiene una densidad relativa igual a 0,6909 a 15,6°C, y contiene 4,3% en moles de hidrocarburos aromáticos. El refinado sale del dispositivo de extracción de aromáticos a 99°C, y contiene aproximadamente 1,2% en moles de disolvente sulfolán en solución.

Haciendo referencia ahora a la fig. 1, el refinado parafínico entra en la tubería 1 a 99°C, a una velocidad de 43.500 kg/hora, que comprenden 42.869 kg/hora de hidrocarburo y 631 kg/hora de sulfolán. No se introduce en la tubería 1 ninguna corriente acuosa, y el refinado entra en el refrigerante 2, donde se enfría hasta 38°C. La corriente de refinado enfriada se deriva sin pasar por los medios 4 de mezcla en serie, y entra en el dispositivo 6 de extracción por agua, que comprende un contactor de disco rotatorio que contiene 40 etapas mecánicas (discos rotatorios entre placas anulares estáticas).

En la columna 6, por la tubería 7, entra condensado de vapor de agua de separación, procedente de la unidad del procedimiento de extracción de aromáticos, a una velocidad de 4210 kg/hora. Esta corriente acuosa entra en la columna 6 de contactor de discos rotatorios a 44°C, y extrae el disolvente sulfolán del hidrocarburo refinado



dispersado. La corriente acuosa resultante sale del fondo de la columna 6 de contactor de discos rotatorios a 38°C, por la tubería 9, en cantidad de 4835 kg/hora. Esta corriente comprende 4210 kg/hora de agua y 625 kg/hora de sulfolán y se puede enviar a unos medios de destilación subsiguientes, para recuperar el sulfolán. El refinado parafínico sometido a extracción sale por la parte superior de la columna 6 de contactor de discos rotatorios, por la tubería 8, a 41°C, a una velocidad de 42.875 kg/hora. El refinado sometido a extracción comprende 42.869 kg/hora de hidrocarburo y 6 kg/hora de sulfolán, y tiene una densidad relativa igual a 0,6859 a 15,6°C, y un peso molecular igual a 92,9.

Ejemplo 2

El refinado parafínico definido en el anterior ejemplo 1 entra en el procedimiento de la fig. 1 por la tubería 1, a 99°C y en cantidad de 43.500 kg/hora. La corriente de refinado comprende 42.869 kg/hora de hidrocarburo y 631 kg/hora de disolvente sulfolán. En la tubería 1, mediante la tubería 10, entra una corriente acuosa a 38°C y a una velocidad de 16.090 kg/hora. La corriente acuosa comprende 13.999 kg/hora de agua y 2091 kg/hora de sulfolán disuelto. La corriente de refinado y la corriente acuosa entran en el cambiador de calor 2 por la tubería 1, y la corriente combinada se enfría hasta 38°C y se lleva por la tubería 3 al mezclador 4. El mezclador 4 comprende un aparato de mezcla en serie, del tipo de hélice, accionado por motor, en el que la corriente enfriada es agitada violentamente y mezclada íntimamente para acondicionar el refinado para la extracción por agua. Mediante la tubería 5, la mezcla resultante entra en el extractor 6 por agua, que compren



de la columna de contactor de discos rotatorios definida en el anterior ejemplo 1. La corriente acuosa de la tubería 7, antes definida en el ejemplo 1, entra en la columna 6 de contactor de discos rotatorios a 44°C, a una velocidad de 4210 kg/hora. Esta corriente acuosa extrae sulfolán de la fase de refinado dispersada, y se une con la porción acuosa de la corriente mixta que entra en el fondo de la columna 6 de contactor de discos rotatorios por la tubería 5. La corriente acuosa total sale de la columna 6 por la tubería 9, a 38°C, y a una velocidad de 20.909 kg/hora. Esta corriente acuosa, que comprende 18.189 kg/hora de agua y 2720 kg/hora de sulfolán disuelto, se divide para proporcionar 16.090 kg/hora, que se hacen circular por la tubería 10 a la tubería 1, constituyendo la corriente acuosa antes especificada. La porción restante, 4819 kg/hora, que comprenden 4189 kg/hora de agua y 629,9 kg/hora de sulfolán, se retira por la tubería 9 para la subsiguiente recuperación del disolvente sulfolán. El producto refinado final sale de la columna 6 de contactor de discos rotatorios, por la tubería 8, a una velocidad de 42.870,1 Kg/hora de hidrocarburo, y solo 1,1 Dg/hora de sulfolán.

Por los ejemplos anteriores se verá que la extracción acuosa de sulfolán a partir del refinado, según los métodos existentes de la técnica anterior, producía una pérdida de sulfolán igual a 6,4 kg/hora o 154 kg/día, mientras que la práctica de la presente invención redujo la pérdida de disolvente en el refinado a solo 1,1 kg/hora, o sea solo 26,2 kg/día. Esta beneficiosa reducción de pérdidas de disolvente se consiguió haciendo circular la corriente acuosa rica en sulfolán, que sale del fondo del extractor de con-



tactor de discos rotatorios, para proporcionar una fase acuosa en la zona de acondicionamiento constituida por medios de mezcla, en cantidad igual a 24,8% en volumen respecto a la cantidad de refinado parafínico. Así, la relación entre fase de hidrocarburo y fase de no hidrocarburo, en la zona de acondicionamiento, fué igual a 4:1. Un aumento en la velocidad de la corriente acuosa causará la reducción correspondiente en la pérdida de disolvente, pero la eficacia no será lineal. El grado de perfeccionamiento conseguido por el uso de la presente invención está influenciado por la velocidad de circulación de la corriente acuosa, por el grado de turbulencia en la zona de acondicionamiento, por la temperatura de la corriente de refinado enfriada que entra en la zona de acondicionamiento, por el contenido de disolvente en el refinado que entra en el procedimiento de la invención desde los medios de extracción de aromáticos. Además, el contenido de disolvente en el refinado parafínico variará, ya que depende del nivel de temperatura en la unidad precedente del procedimiento de extracción de aromáticos, y del tanto por ciento en moles de aromáticos que permanezcan en el refinado. Por tanto, no es posible definir específicamente el caudal de circulación de la corriente acuosa a la zona de acondicionamiento que se requerirá para efectuar una reducción dada de la pérdida de disolvente. Sin embargo, la eficacia de la presente invención se puede tipificar por la siguiente tabla de datos.



	Caudal de Aromáticos alimentados para refinado, fínico, % en moles	Corriente acuosa circulada a la zona de acondicionamiento, litros/hora.	Relación entre fase de hidroccarburo y fase acuosa.	Sulfolán en el refinado sometido a extracción, ppm.	
5	6,620	4.0	0	--	150
	6,620	4,0	331	20	95
	6,620	4,0	662	10	65
10	6,620	4,0	1324	5	30
	6,620	4,0	1986	3,33	20

Se observará que en las características expuestas, y en las figuras y ejemplos ilustrativos, la fase acuosa que se introduce en la corriente de refinado que contiene disolvente entra en la corriente de refinado antes de los medios de cambiador de calor. Aunque este es el punto preferido de introducción de la corriente acuosa, el procedimiento de la invención es igualmente eficaz cuando la corriente acuosa se introduce entre el refrigerante 2 ó 2' y el mezclador 4 ó 4' en serie.

REIVINDICACIONES

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 recuperar un disolvente



soluble en agua contenido en una corriente de refinado produ-
cida por un procedimiento de extracción de compuesto aroma-
tico, que comprende: (a) mezclar dicha corriente de refina-
do con una primera corriente acuosa, en una zona de acondi-
5 cionamiento de gran turbulencia; (b) hacer pasar el efluen-
te resultante de la zona de acondicionamiento a una zona
de extracción por agua, y extraer allí dicho disolvente de
dicho efluente, con una segunda corriente acuosa; y (c) re-
cuperar de dicha zona de extracción una corriente de extrac-
10 to acuoso, que contiene dicho disolvente, y una corriente
de refinado sustancialmente exenta de dicho disolvente.

2.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado además porque una porción de la corriente de
extracto acuoso se devuelve a la zona de acondicionamiento,
15 constituyendo al menos una porción de la primera fase acuosa.

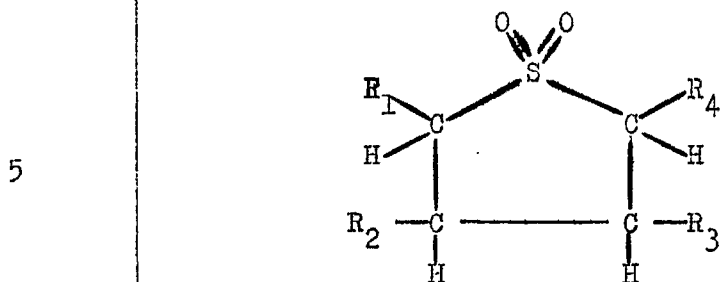
3.- Un procedimiento según la reivindicación 1,
caracterizado además porque el efluente de la zona de acondi-
cionamiento se hace pasar primero a una zona de separación,
20 donde se separa de dicho efluente una fase acuosa rica en
disolvente, antes de hacer pasar dicho efluente a la zona
de extracción por agua.

4.- Un procedimiento según la reivindicación 3,
caracterizado además porque se devuelve a la zona de acondi-
25 cionamiento al menos una porción de la corriente de ex-
tracto acuoso procedente de la zona de extracción, consti-
tuyendo al menos una porción de la primera fase acuosa.

5.- Un procedimiento según cualquiera de las rei-
vindicaciones 1 a 4, caracterizado además porque el disol-
30 vente soluble en agua comprende un disolvente del tipo sul-



folán, de fórmula general:



donde R_1 , R_2 , R_3 y R_4 se eligen independientemente de entre hidrógeno, un grupo alcoholo que tiene de 1 a 10 átomos de carbono, un grupo arilalcoholo que tiene de 1 a 12 átomos de carbono en el sustituyente alcoholo, y un radical alcoxi que tiene de 1 a 8 átomos de carbono.

15 6.- Un procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado además porque el disolvente soluble en agua es sulfolán.

20 7.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, caracterizado además porque el disolvente soluble en agua se elige de entre 2-sulfoleno, 3-sulfoleno, y mezclas de ellos.

25 8.- Un procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado además porque la corriente de refinado y la primera corriente acuosa son entremezcladas, antes de mezclar en la zona de acondicionamiento.

9.- Un procedimiento para recuperar un disolvente soluble en agua.

30

13 FEB



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

La presente Memoria, consta de veintidos hojas escritas a máquina por una sola de sus caras.

Madrid.

13 FEB 1931

P. A.

Almudena de Alzola
Almudena de Alzola

4.2.69

A.A.B.



Figura 1

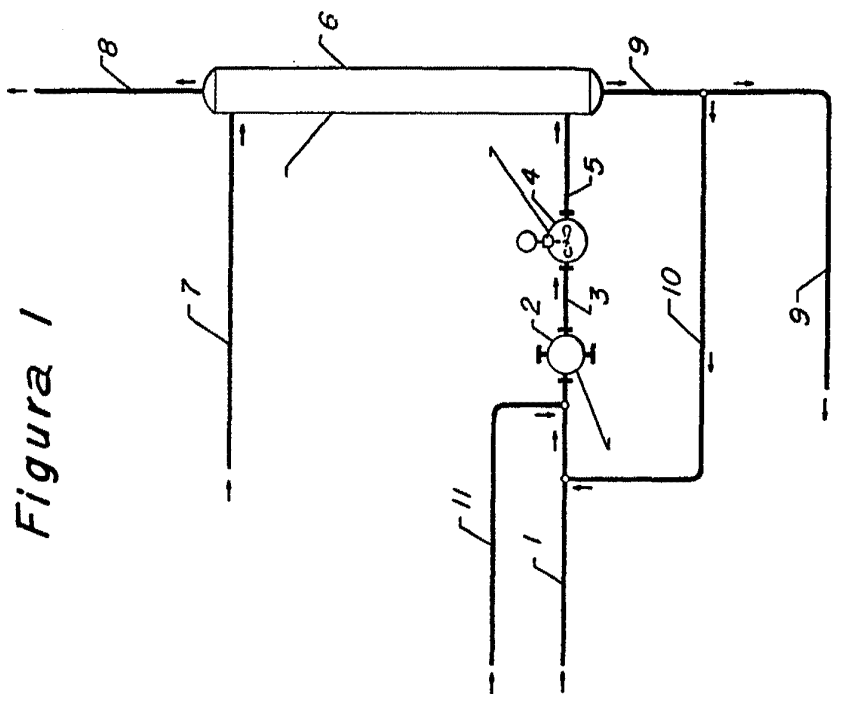
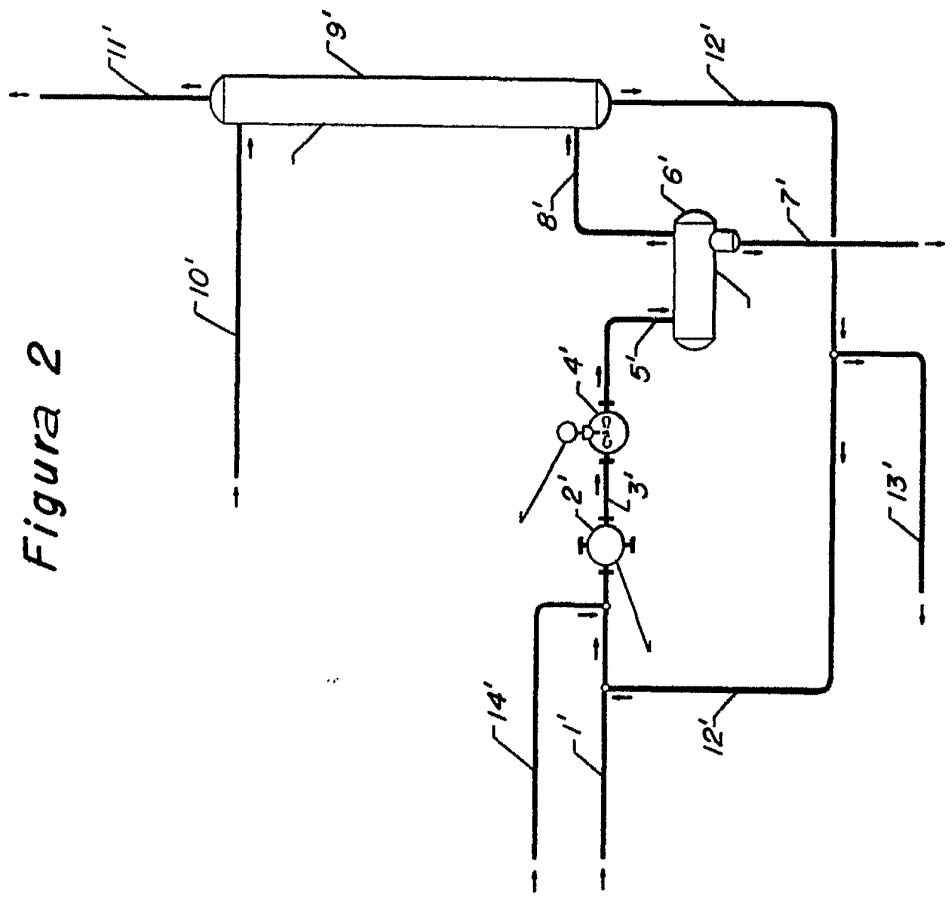


Figura 2



Al. V. ...

Figura 1

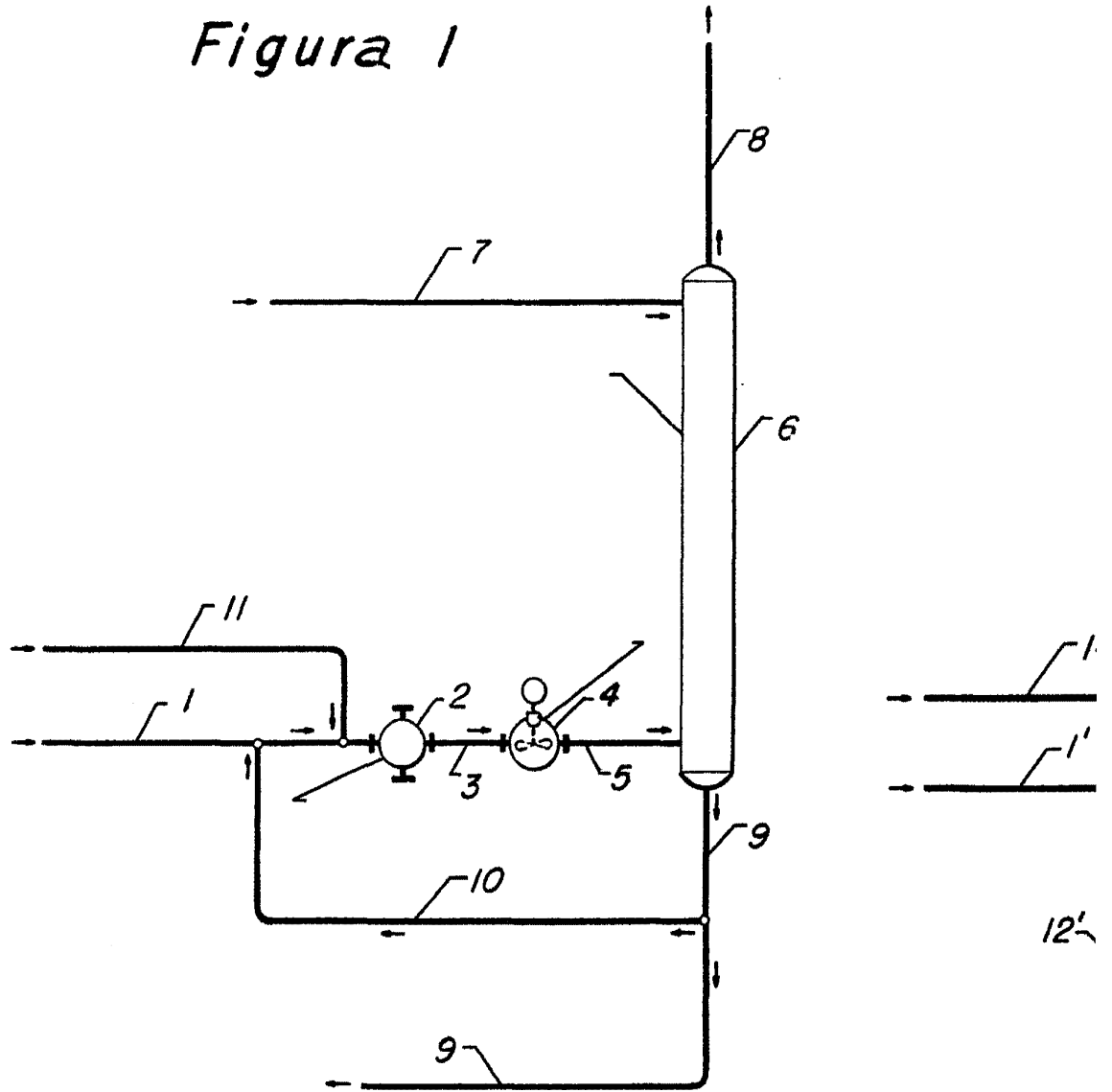
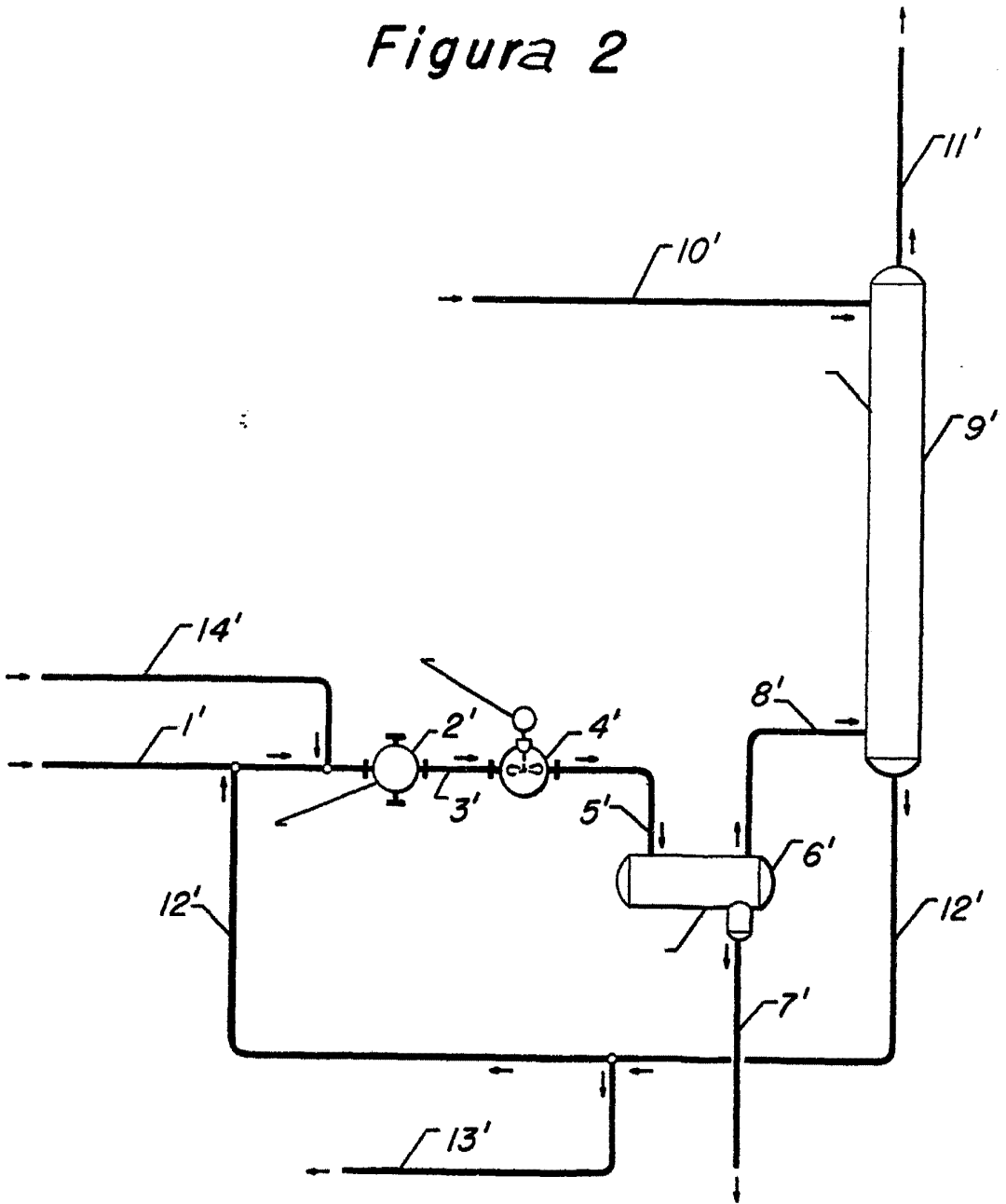




Figura 2



Alvares