

363841

19



SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE C 07
SUBCLASE e ---

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: FOSTER GRANT CO., INC.

RESIDENCIA: Leominster, Massachusetts, EE. UU.

ENUNCIADO: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA DESINTEGRA-
CION Y LA HIDRODESULFURACION DE UN MA-
TERIAL DE ALIMENTACION DEL RESIDUO DE
LA DESTILACION AROMATICA DE VINILO".

Prioridad: Patente estadounidense n.º 706.806 del 20-2-68.



1 Este invento se refiere, por lo general, a la des-
integración y a la hidrodeshidrosulfuración catalítica del resi-
duo de destilación que resulta de la producción de compues-
tos vinil benceno, por ejemplo, estireno, viniltolueno, -
5 etilvinilbenceno y divinilbenceno. Más particularmente, es
te invento se refiere a la desintegración y a la hidrodeshi-
sulfuración catalítica del residuo de destilación que pro-
cede de la alquilización del benceno y de los alquilbence-
nos, como el tolueno y el etilbenceno, con etileno, para -
10 producir alquilbencenos, como el etilbenceno, el metiletil
benceno, y de la deshidrogenación de los alquilbencenos pa-
ra producir vinilbencenos, como el estireno, el viniltolue-
no, el etilvinilbenceno y el divinilbenceno. El procedi-
miento de este invento convierte una cantidad considerable
15 de residuos de destilación que tienen, si acaso, un valor
económico muy bajo, en valiosos compuestos aromáticos.

En un método que se emplea ampliamente para produ-
cir vinilbencenos, el benceno y los alquilbencenos como el
tolueno, son alquilizados con etileno utilizando cataliza-
dores del tipo Friedel-Crafts u otros estabilizadores de -
20 alquilización como la alúmina. El producto de la reacción
de alquilización se separa por destilación a presión redu-
cida, hasta que se retiran todos los compuestos de benceno
mono-, di- y tri- y algunos tetrasustituídos. En la pro-
25 ducción del etilbenceno, la destilación se suspende cuando
la temperatura es de alrededor de 66°C, a una presión apro-
ximada de 25 mm. de mercurio. Este residuo comprende una -
mezcla de polimetilo y polietilbencenos, así como compues-
tos aromáticos, por ejemplo indanos, naftalenos, difenilos,
30 acenaftalenos y fenantrenos. Este residuo de destilación,



1 por lo general, solo es adecuado para usarse como aceite
combustible.

5 El producto de la etapa de alquilización se deshi-
drogena catalíticamente para proporcionar vinilbencenos, -
por ejemplo, estireno, viniltolueno, etilvinilbenceno y di-
vinilbenceno. El producto crudo de la etapa de deshidroge-
nación es sensible a la polimerización y azufre elemental
se incorpora al vapor que procede del reactor de la deshi-
drogenación, como un inhibidor de la polimerización. Alre-
10 dedor del 0,15 % por peso de azufre se agrega al producto
crudo de deshidrogenación. Esta cantidad de azufre es solu-
ble en el producto de la deshidrogenación, y es efectivo -
para impedir la polimerización durante la destilación del
vapor que procede de la reacción de deshidrogenación. La -
15 destilación continúa hasta que todos los compuestos de ben-
ceno mono- y di- sustituidos y algunos trisubstituidos -
han sido separados. En la producción de estireno, la desti-
lación se suspende cuando la temperatura del fondo es de -
alrededor de 110°C., a una presión aproximada de 30 mm. de
20 mercurio. El residuo de la destilación contiene alrededor
del 10% de azufre, que se encuentra presente como azufre -
elemental, así como en forma de sulfuros de alquilo, mer-
captanos y otras formas de azufre químicamente combinado. -
La cantidad del residuo que queda de la destilación del vi-
25 nil benceno varía, aproximadamente, entre el 2 % y el 5 %
del estireno producido. El residuo es un material alquitra-
nado sumamente viscoso y es una mezcla compleja de compues-
tos monoméricos, algunos de los cuales contienen azufre -
combinado, y de compuestos poliméricos que tienen un peso
30 molecular tan elevado como el de 35.000, aproximadamente,



1 y que contienen cierta insaturación. Los compuestos monomé
ricos están presentes en forma insaturada y también satura
da. Las sustancias monoméricas incluyen pequeñas cantida--
des de polialquilbencenos, por ejemplo, polimetil y polie-
5 til bencenos, difenilo y difenilos substituídos, así como
compuestos de anillo fusionado, por ejemplo, indanos, inde
nos, naftalenos, acenaftalenos y fenantrenos. Este residuo
de la destilación se desecha o se quema.

El residuo de la destilación del producto de la -
10 deshidrogenación puede someterse al procedimiento de desin
tegración y de hidrosulfuración en forma no diluída. Sin
embargo, el residuo de la destilación que procede de la -
deshidrogenación se combina, de preferencia, con el residuo
de la destilación del procedimiento de alquilización. El -
15 residuo de la destilación del producto de la alquilización
es sólo ligeramente viscoso, y cuando se combina con el re
siduo de destilación sumamente viscoso del procedimiento -
de deshidrogenación resulta un material alimenticio que -
puede manejarse con facilidad. Asimismo, cuando se utiliza
20 la combinación de los residuos de destilación, mejora la -
recuperación de los compuestos de benceno mono- y disubsti
tuídos. La composición de la mezcla puede variar en una es
cala comprendida, aproximadamente, entre el 20 y el 80% -
del residuo de la destilación del estireno, y aproximada--
25 mente, del 80 al 20 % del residuo de la destilación de al
quilización. El material alimenticio para el reactor, pre
ferentemente a una temperatura elevada, por ejemplo, una -
temperatura que varía, aproximadamente, entre 149º y 316º C
y se mezcla con hidrógeno a medida que se introduce en el
30 reactor. La cantidad de hidrógeno mezclado con el material



10 FEB 1960

1 alimenticio es, cuando menos, una cantidad suficiente pa-
ra saturar los componentes hidrocarburo del material ali-
menticio y para convertir la totalidad del azufre libre y
químicamente combinado en sulfuro de hidrógeno. La mezcla
5 del material alimenticio e hidrógeno pasa a través de una
capa de un catalizador de desintegración e hidrodeshulfura-
ción, que se mantiene a una temperatura comprendida, apro-
ximadamente, entre 316° y 593°C. Si la temperatura de la -
capa catalizadora es menor de 316°C, aproximadamente, la -
10 velocidad de la reacción es inconvenientemente lenta, y si
la temperatura de la capa catalizadora es superior a 593°C
aproximadamente, se forma una cantidad excesiva de carbón
como resultado de la desintegración de los componentes hi-
drocarburos del material alimenticio, lo cual hace dismi-
15 nuir la actividad del catalizador. La presión dentro del -
reactor se mantiene en una escala que varía, aproximadamen-
te, entre 7 y 35 atmósferas. Si la presión es menor de 7
atmósferas, aproximadamente, las reacciones de desintegra-
ción e hidrodeshulfuración no llegan a una consumación con-
20 veniente, porque la presión parcial de la hidrogenación es
demasiado baja. Si la presión es mayor de 35 atmósferas, -
aproximadamente, hay una desintegración excesiva de los -
componentes hidrocarburos del material alimenticio, lo cual
redunda en la formación de carbón y en un acortamiento de
25 la duración del catalizador. El material alimenticio pasa
a través de la capa catalizadora a una velocidad aproxima-
da de 0,2 a 3,0 libras de material alimenticio por libra -
de catalizador por hora. Si la velocidad es menor de 0,2
libras, aproximadamente, de material alimenticio por libra
30 de catalizador por hora, el procedimiento resulta ineficaz



1 y antieconómico. Si la velocidad es mayor de 3,0 libras, -
aproximadamente, de material alimenticio por libra de cata-
lizador por hora, las reacciones de desintegración e hidro-
desulfuración quedan incompletas, lo cual redundando en una -
5 conversión escasa y en un rendimiento bajo de compuestos -
aromáticos saturados.

Los productos finales de las reacciones de desinta-
gración e hidrodeshulfuración son el sulfuro de hidrógeno y
un líquido de baja viscosidad que no contiene más de diez
10 partes por millón de azufre, aproximadamente. El sulfuro -
de hidrógeno puede usarse en esa naturaleza o utilizarse -
en la producción de óxidos de azufre o de azufre elemental.
La corriente líquida puede desgasificarse y destilarse -
fraccionalmente. Si se destila la corriente desgasifica a
15 una temperatura hasta de 165°C, a presión atmosférica, se
obtiene un destilado que contiene materiales utilizables,
por ejemplo benceno, tolueno, xilenos, etilbenceno, metil-
etilbenceno y dietilbenceno. El destilado puede reciclar a
la reacción de alquilización o fraccionarse ulteriormente
20 para suministrar componentes esencialmente puros. El resi-
duo de la destilación está compuesto, en gran parte, por -
polialquilbencenos y por materiales poliméricos saturados
y puede emplearse como aceite combustible.

Los catalizadores de desintegración e hidrodeshulfu-
25 ración, adecuados para usarse en la práctica de este inven-
to, son los óxidos de metales, por ejemplo, cobalto, níquel
y molibdeno, que se sostienen sobre un material como la -
alúmina. Los catalizadores preferidos contienen una combi-
nación de óxidos de cobalto y molibdeno, una combinación -
30 de óxidos de níquel y molibdeno y una combinación de óxidos



1 de cobalto y molibdeno activada por óxidos de níquel.

5 Los catalizadores que pueden usarse en el procedimiento de este invento son los óxidos de cobalto y molibdeno, los óxidos de cobalto y molibdeno activados por óxido
10 de níquel o los óxidos de níquel y molibdeno sobre un material de soporte, alúmina de preferencia, y se preparan en general incorporando una cantidad controlada de un ácido -
15 concentrado a una mezcla de los compuestos metálicos y de un vehículo portador como la alúmina. Se agrega agua suficiente para reducir la mezcla a una consistencia algo fluída, adecuada para extrusión, y la tanda pasa a través de -
un troquel adecuado, preferentemente de acero inoxidable, para formar productos de extrusión configurados. En seguida, el material extruído se seca y/o se calcina a temperatura elevada para expulsar el agua y convertir a los com-
puestos metálicos en óxidos sostenidos por el vehículo portador.

20 Más particularmente, el método preferido para la manufactura del catalizador consiste en mezclar hidrato de alúmina y óxido de molibdeno con una solución acuosa de -
una sal de cobalto o con una sal de níquel, o con una mezcla de sales de cobalto y de níquel, que se convierte en -
25 óxido de cobalto y óxido de níquel después de una calcinación. En el procedimiento de mezcla preferido, el óxido de molibdeno y los compuestos de cobalto y níquel se dispersan uniformemente en toda la alúmina y se forma una mezcla sólida y húmeda. En seguida, un ácido mineral concentrado por ejemplo, ácido nítrico, ácido clorhídrico o ácido sulfúrico, se incorpora en una cantidad controlada para convertir al sólido húmedo en una pasta extruíble. Cuando se
30



1 utilice ácido nítrico, la cantidad del ácido seleccionado
debe ser, cuando menos, el 2,5% por peso del ácido comer-
cial concentrado (63%), basándose en el peso total del pro-
ducto acabado, siendo la escala preferida la del 5% al 10%.
5 La cantidad de ácido concentrado puede exceder del 10% por
peso, ya que el exceso es retirado durante la calcinación,
aunque por razones económicas dicho exceso es, por lo gene-
ral, inconveniente. Tratándose de otros ácidos minerales,
se seleccionan cantidades equimolares de ácido. Se incorpo-
10 ra agua suficiente a la mezcla, simultánea y/o subsiguien-
tamente, para formar una pasta extruible, y la mezcla cata-
lizadora pasa a través de un troquel o de otro aparato pa-
ra formar extrusiones. La cantidad de agua que se usa para
preparar la pasta extruible se selecciona de acuerdo con -
15 la consistencia de la mezcla, después de incorporarse el -
ácido. Se incorpora cierta cantidad de agua con el ácido,
y el agua adicional que puede requerirse para producir una
masa extruible se selecciona mediante una sencilla experi-
20 mentación para lograr una pasta de la consistencia apropia-
da. Las extrusiones se calcinan a una temperatura tal que
la humedad se evapora, las sales de cobalto y níquel se -
descomponen, la alúmina se deshidrata parcialmente y las -
extrusiones se convierten en pelotitas catalizadoras duras
que tienen una gran resistencia física y resisten la rege-
25 neración repetida sin un deterioro apreciable.

 Ciertas variaciones al procedimiento preferido an-
tes descrito pueden emplearse, si se desea. Por ejemplo, -
si los compuestos que se utilizan son compatibles con el -
ácido que se emplea, la incorporación del ácido puede ha-
30 cerse simultáneamente con los compuestos de cobalto y ní-



1 quel. Además, no es necesario que el ácido esté sumamente
concentrado en el momento de la incorporación y, si así -
5 conviene, la totalidad o algo del agua incorporada para -
ajustar la composición a una pasta extruible puede mezclarse
se con el ácido antes de agregar el ácido a la mezcla.

 El material portador o de soporte que se usa para
formar el catalizador extruido, de acuerdo con este inven-
to, es la alúmina, preferentemente una alúmina hidratada,
como la que contiene, aproximadamente, proporciones igua-
10 les de beta- $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ y alfa- $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, los cuales, des-
pués de una calcinación a una temperatura comprendida en-
tre 371° y 482°C , se convierten en su mayor parte en gamma
- Al_2O_3 . Otras alúminas hidratadas, como la alfa- $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$
así como alúmina calcinada o deshidratada de otro modo, -
15 pueden usarse para producir el catalizador. Durante la -
calcinación del catalizador de alúmina extruido, deben -
evitarse altas temperaturas pues resulta alúmina "calcina-
da". La temperatura de calcinación preferida está compren-
dida entre 316° y 538°C , aunque pueden utilizarse tempera-
20 turas mayores que no excedan de la temperatura de sublima-
ción (aproximadamente, 1260°C) del trióxido de molibdeno.

 Cuando el catalizador es una mezcla de cobalto y
molibdeno o de níquel y óxido de molibdeno, la proporción
atómica entre el cobalto y el molibdeno y entre el níquel
y el molibdeno varía de 1 a 5 a 1 a 1. Cuando el cataliza-
dor es una mezcla de óxido de cobalto y óxido de molibde-
no activada por óxido de níquel, la proporción atómica -
25 del níquel y el cobalto combinados con respecto al molib-
deno puede variar entre 1 a 5 y 1 a 1. Las cantidades res-
pectivas pueden controlarse ajustando las cantidades de -
30



1 óxido de molibdeno y de las sales de níquel y cobalto que se
utilizan en las etapas iniciales de la elaboración del cataliza-
dor. La sal de cobalto y la sal de níquel pueden ser cualquier
sales de cobalto o de níquel que sean solubles en agua y que pue-
den convertirse en el óxido después de la calcinación, por ejem-
5 plo, los cloruros de cobalto o níquel, los nitratos de cobalto
o níquel y los sulfatos de cobalto o níquel. El pH de la solu-
ción debe ser menor de 7, aproximadamente, pues de lo contra-
rio las sales de cobalto y níquel pueden precipitar prematura-
mente. Las cantidades de los materiales catalíticamente acti-
10 vos en el catalizador acabado deben ser, por lo común, tan pe-
queñas como sea posible, compatibles con la actividad que se
requiere para efectuar la reacción que se desea. En términos
generales, la cantidad de cobalto y molibdeno, en el catalizador
de cobalto y molibdeno, debe estar incluida en la siguiente es-
15 cala: Cobalto como CoO , de 1 a 5% por peso; Molibdeno como
 MoO_3 , de 2 a 20% por peso. Las cantidades de níquel, y molib-
deno, en el catalizador de níquel y molibdeno, deben estar in-
cluidas en la siguiente escala: Níquel como NiO , de 1 a 5% por
20 peso; Molibdeno como MoO_3 , de 2 al 20% por peso. Las cantida-
des de níquel, cobalto y molibdeno en una mezcla de óxido de co-
balto y de molibdeno activada por óxido de níquel deben estar
incluidas en la escala de: Cobalto como CoO más Níquel como
 NiO , de 1 a 5% por peso; Molibdeno como MoO_3 , de 2 a 20% por
25 peso. El resto del catalizador es el vehículo portador.

Unos métodos para preparar cuatro catalizadores di-
ferentes, adecuados para usarse en el procedimiento de es-
te invento se describen más adelante. Sin embargo, estos -
catalizadores se presentan sólo por vía de ilustración de -
30 los catalizadores que pueden usarse para llevar a cabo sa-
tisfactoriamente el procedimiento de desintegración e hidro



1 desulfuración de las reivindicaciones anexas.

CATALIZADOR Nº 1

Una mezcla de 100 libras (45,36 Kgs.) de alúmina hidratada (27% de agua) y 9 libras (4,08 kgs.) de trióxido de molibdeno se tritura en seco, durante 20 minutos, -
5 aproximadamente. La alúmina hidratada comprende, aproximadamente, proporciones iguales de beta- $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ y de alfa- $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{N}_2\text{O}$. En seguida, se incorporan 26,5 libras (12,02 Kg) de una solución acuosa de nitrato de cobalto (sp. gr.1.196) que contienen 1,8 libras (0,815 kgs.) de CoO , y la mezcla se tritura en mojado durante 10 minutos, aproximadamente. La solución de nitrato de cobalto se prepara disolviendo el metal cobalto en ácido nítrico diluido y controlando - el exceso de ácido, de manera que no haya más del 2% de -
15 ácido libre presente. A continuación, se incorporan 2,5 libras (1,13 Kgs.) de ácido nítrico (63%) diluidas con - agua, y continúa la trituración en mojado. Se agrega agua adicional (aproximadamente 4,5 galones) (17,03 lts.) para formar una pasta de consistencia apropiada para la extru-
20 sión. En seguida, la pasta catalizadora se extruye a través de un truye de acero inoxidable de 3/16 de pulgada - (4,762 mm.) y las extrusiones se calcinan durante una hora a 204°C, una hora a 343°C y seis horas a 510°C. El catalizador así formado muestra un análisis de 2,5% de CoO y
25 12,0% de MoO_3 . Tiene una resistencia al aplastamiento lateral de 29 libras (13,15 kgs.) una carga debida al propio - peso, una pérdida de abrasión de sólo 5,05% y una densidad volumétrica de 45,4 libras por pie cúbico (1256,67 g/cm³).

CATALIZADOR Nº 2

30 Una mezcla de 22 libras (9,97 Kgs.) de alúmina hi-



1 dratada (27% de agua) y 2 libras (0,907 kgs.) de trióxido
de molibdeno se tritura en seco durante 20 minutos, aproxi
madamente. La alúmina hidratada comprende, aproximadamente
5 proporciones iguales de beta- $Al_2O_3 \cdot 3H_2O$ y alfa- $Al_2O_3 \cdot H_2O$.
En seguida, se incorporan 91,5 ml. de una solución acuosa
de nitrato de cobalto (sp. gr. 1,530) y 9,65 ml. de una so
lución acuosa de nitrato de níquel (sp. gr. 1,546), y la -
mezcla se tritura húmeda durante 10 minutos, aproximadamen
te. La solución de nitrato de cobalto se prepara disolvien
10 do el metal cobalto en ácido nítrico diluido y controlando
el exceso de ácido, de modo que no haya más del 2% de áci
do libre presente. En seguida, se agregan 340 ml. de ácido
nítrico al 63% y la trituración húmeda continúa. Se incor
pora agua adicional (aproximadamente, 910 ml.), para for--
15 nar una pasta de consistencia apropiada para la extrusión.
En seguida, la pasta catalizadora se extruye a través de -
un troquel de acero inoxidable de 3/16 de pulgada (4,762
mm.) y las extrusiones se calcinan por una hora a 204°C.,
por una hora a 343°C y por seis horas a 510°C. El cataliza
20 dor así formado muestra un análisis de 2,33% de CoO, 2,81%
de NiO y 9,25% de MoO₃.

CATALIZADOR No 3

Se prepara un catalizador extruido de cobalto-ni-
quel-molibdeno-alúmina, a partir de los siguientes materia

25	les:	<u>Partes</u>
	NiO (como solución de nitrato de níquel)	37,5
	CoO (como solución de nitrato de cobalto)	50,0
	MoO ₃	300
	Hidrato de alúmina	2850
30	Acido nítrico (63%)	62,5



1 La alúmina y el trióxido de molibdeno se trituran
en seco durante diez minutos. Las soluciones de nitrato de
cobalto y nitrato de níquel se incorporan, seguidas por el
5 ácido nítrico (equivalente al 2,5% por peso del producto -
acabado) y se trituran, mejor dicho, y la trituración húme-
da continúa por un periodo de 2 horas. En seguida, se ajus-
ta la consistencia de la pasta mediante la incorporación -
de agua para formar un producto extruible, el cual se ex--
truye a través de un troquel de 3/16 de pulgada (4,762 mm.)
10 El material extruido se calcina durante una hora a 232°C.,
durante una hora a 343°C y durante seis horas a 510°C. Por
análisis, el catalizador contiene 1,9% de CoO, 1,5% de NiO
y 11,2% de MoO₃.

CATALIZADOR Nº 4

15 Un catalizador extruido de níquel-molibdeno-alúmi-
na se prepara a partir de los siguientes materiales:

	<u>Partes</u>
NiO (como solución de nitrato de níquel)	87,5
MoO ₃	300
20 Hidrato de alúmina	2850
Acido nítrico (63%)	62,5

25 La alúmina y el trióxido se trituran en seco duran-
te diez minutos. La solución de nitrato de níquel se incor-
pora, seguida del ácido nítrico (equivalente al 2,5% por -
peso del producto acabado), y la trituración húmeda conti-
núa por un período de dos horas. En seguida, se ajusta la
consistencia de la pasta incorporando agua para formar un
producto extruible, el cual se extruye a través de un tro-
30 quel de 3/16 de pulgada (4,762 mm.). El material extruido
se calcina por una hora a 232°C, por una hora a 343°C y por



1 seis horas a 510°C. Por análisis, el catalizador contiene
3,4% de NiO, y 11,2% de MoO₃.

5 Los siguientes ejemplos, que ilustran el procedi-
miento de desintegración e hidrodeshidrosulfuración de este in-
vento, se ofrecen con fines ilustrativos del invento y no
deben interpretarse como que limitan su alcance. Los ex-
pertos en la técnica deben observar con facilidad que es
posible hacer numerosas modificaciones en las condiciones,
concentraciones, cantidades respectivas de los materiales,
10 etc., sin desviarse del invento.

EJEMPLO 1

Un residuo de alquitrán procedente de la destila-
ción, a una temperatura de 121°C y a 30 mm. de mercurio,
de estireno, crudo, de la deshidrogenación catalítica del
15 etilbenceno, se calienta a 149°C y se bombea en la parte
superior del reactor. También se introduce hidrógeno en -
la parte superior del reactor y se mezcla con el alqui- -
trán. La mezcla de alquitrán e hidrógeno pasa a través de
una capa del Catalizador nº 2, a tal velocidad que 0,41 de
20 libra (0,185 kg.) de alquitrán por hora por libra del ca-
talizador y 24,6 pies³ (0,688 m³.) normales de hidrógeno -
por libra de alquitrán, pasan por el reactor. La tempera-
tura promedio del catalizador es de 399°C, y cualquier -
proporción de calor que se requiera para mantener el cata
25 lizador a dicha temperatura, que no sea provista por el -
calor de la reacción, es suministrada por elementos eléc-
tricos de calentamiento alrededor de la capa catalizadora.
La presión total dentro del reactor es de 21 atmósferas.
El producto de la reacción se retira del reactor a tal ve-
30 locidad que la presión dentro del reactor se mantiene al



1 nivel anterior.

El producto líquido representa aproximadamente el 93% del contenido en hidrocarburo del alquitrán, y contiene no más de diez partes por millón de azufre.

5 El producto se desgasifica y destila a 165°C y a 760 mm. de Hg.

EJEMPLO 2

10 Se repite el procedimiento del ejemplo 1, excepto que la cantidad de hidrógeno disminuye a 18,3 pies cúbicos (0,512 m³) normales por libra (0,453 kgs.) de alquitrán, y la temperatura promedio del catalizador es de 440,5°C.

El producto representa el 94,5% del contenido en hidrocarburo del alquitrán, y no contiene más de diez partes por millón de azufre.

15 EJEMPLO 3

Se repite el procedimiento del ejemplo 1, excepto que la cantidad de hidrógeno aumenta a 31,0 pies cúbicos (0,877 m³.) normales por libra (0,453 kgs.) de alquitrán, y la temperatura promedio del catalizador es de 496°C.

20 El producto representa el 92 % del contenido en hidrocarburo del alquitrán, y no contiene más de diez partes por millón de azufre.

EJEMPLO 4

25 Se repite el procedimiento del ejemplo 1, excepto que la cantidad de hidrógeno se reduce a 12,6 pies cúbicos (0,352 m³) normales por libra de alquitrán, y la temperatura promedio del catalizador es de 482°C.

30 El producto representa el 94% del contenido en hidrocarburo del alquitrán, y no contiene más de diez partes por millón de azufre.



Las composiciones de los destilados de los ejemplos 1 a 4 se ofrecen en la Tabla 1.

TABLA 1

	<u>Ejemplo 1</u>	<u>Ejemplo 2</u>	<u>Ejemplo 3</u>	<u>Ejemplo 4</u>
Destilado	70,9%	81,2%	78,0%	74,0%
Residuo	29,1%	18,8%	22,0%	26,0%
<u>Composición del Destilado en % del Producto Total</u>				
Benceno	3,8	6,0	3,4	2,1
Tolueno	17,9	27,6	21,1	20,0
Etilbenceno	33,2	33,8	35,7	32,0
No identificado	16,0	13,8	17,8	19,1

La composición del destilado se determina por la cromatografía gaseosa.

EJEMPLO 5

Se repite el procedimiento del ejemplo 1, excepto que el alquitrán se substituye por una alimentación compuesta por una mezcla que contiene 70% de alquitrán y 30% del residuo de la destilación, a una temperatura de 150°C y a 25 mm. de mercurio, del producto de la alquilización Friedel-Crafts del benceno con etileno. La mezcla de la alimentación e hidrógeno pasa a través de la capa catalizadora a razón de 0,35 de libra (0,158 kgs.) de alimentación por libra de catalizador y 24,6 pies cúbicos (0,688 m³.) normales de hidrógeno por libra de la alimentación, a través del reactor. La temperatura promedio del catalizador es de 560°C.

El producto representa el 95 % del contenido en hidrocarburo de la alimentación, y no contiene más de diez partes por millón de azufre.



1

EJEMPLO 6

Se repite el procedimiento del ejemplo 5, excepto que la temperatura promedio del catalizador es de 440,5°C.

5

El producto representa el 96% del contenido en hidrocarburo de la alimentación, y no contiene más de diez partes por millón de azufre.

EJEMPLO 7

10

Se repite el procedimiento del ejemplo 5, excepto que se usa el Catalizador nº 1, la mezcla de la alimentación e hidrógeno pasa a través de la capa catalizador a tal velocidad que 0,38 libras (0,172 kgs.) de la alimentación por libra del catalizador y 24,6 pies cúbicos (0,6888 m³.) normales de hidrógeno por libra de la alimentación, pasan a través del reactor, y la temperatura promedio del catalizador es de 490,5°C.

15

El producto representa el 92% del contenido en hidrógeno de la alimentación, y no contiene más de diez partes por millón de azufre.

EJEMPLO 8

20

Se repite el procedimiento del ejemplo 7, excepto que la temperatura promedio del catalizador es de 510°C.

El producto representa el 93% del contenido en hidrocarburo de la alimentación, y no contiene más de diez partes por millón de azufre.

25

Las composiciones de los destilados de los ejemplos 5 a 8 se ofrecen en la Tabla 2.

30



TABLA 2

	<u>Ejemplo</u> <u>5</u>	<u>Ejemplo</u> <u>6</u>	<u>Ejemplo</u> <u>7</u>	<u>Ejemplo</u> <u>8</u>
Destilado	76,8%	53,7%	75,0%	61,7%
Residuo	23,2%	46,3%	25,0%	38,3%
<u>Composición del Destilado en % del Producto Total</u>				
Benceno	19,4	1,5	4,9	3,8
Tolueno	24,8	9,4	16,2	11,4
Etilbenceno	27,1	39,3	41,1	30,9
No identificado	15,1	3,6	12,8	15,7

La composición del destilado se determina por la cromatografía gaseosa.

EJEMPLO 9

Se repite el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que se utiliza el Catalizador nº 3. El producto representa más del 90% del contenido en hidrocarburo del alquitrán, y no contiene más de diez partes por millón de azufre. El destilado consta de más del 50% del producto crudo.

EJEMPLO 10

Se repite el procedimiento del ejemplo 1, excepto que se emplea el Catalizador nº 4. El producto representa más del 90% del contenido en hidrocarburo del alquitrán, y no contiene más de diez partes por millón de azufre. El destilado consta de más del 50% del producto crudo.

Las descripciones anteriores, y particularmente los ejemplos, se ofrecen sólo por vía de ilustración. Varios cambios y modificaciones al nuevo procedimiento que se describe en la presente, como por ejemplo, los que resulten evidentes para los expertos en la técnica, pueden hacerse sin desviarse del espíritu ni del alcance del in--



1 vento que se describe en la presente.

 En resumen, la Patente de Invención que se solicita, recaerá sobre las siguientes:

 - REIVINDICACIONES -

5 1. Un procedimiento para la desintegración y la hidrosulfuración de un material de alimentación del residuo de la destilación aromática de vinilo y del residuo de alquilización aromática, caracterizado por las etapas que consisten en pasar una mezcla del material alimenticio e hidrógeno a través de una capa de catalizador de desintegración e hidrosulfuración.

 a) La cantidad de hidrógeno es suficiente para convetrir el azufre libre y químicamente combinado en sulfuro de hidrógeno, y para saturar los componentes hidrocarburos;

15 b) Pasar el material alimenticio a través de la capa catalizadora, a razón, aproximadamente, de 0,2 a 3,0 libras (0,090 a 1,359 kgs.) por libra del catalizador por hora;

 c) Mantener la temperatura de la capa catalizada -
20 dentro de la escala comprendida, aproximadamente, entre 316°C y 593°C., y

 d) Mantener la presión del material alimenticio y del hidrógeno dentro de la escala que varía, aproximadamen-
te, entre 7 y 35 atmósferas.

25 2. Un procedimiento como el que se describe en la Reivindicación 1, en el cual el material alimenticio del - procedimiento procede de un residuo de destilación del estireno, de un residuo de destilación del vinil tolueno o - de un residuo de destilación del divinil benceno.

30 3. Un procedimiento como el que se describe en las



1969

1 Reivindicaciones 1 ó 2, en el cual el material alimenticio
del procedimiento procede de una proporción comprendida, -
aproximadamente, entre el 20% y el 80% por peso del resi-
duo de destilación del estireno, y el resto es el residuo
5 de la destilación del etilbenceno.

4. Un procedimiento como el que se describe en cual
quiera de las Reivindicaciones 1 a 3, en el cual el catali-
zador se mantiene a una temperatura comprendida, aproxima-
damente entre 371º y 510ºC, y la presión varía, aproxima-
10 damente entre 17,5 y 24,5 atmósferas.

5. Un procedimiento como el que se describe en cual
quiera de las Reivindicaciones 1 a 4, en el cual el catali-
zador comprende óxidos de cobalto, níquel y molibdeno en -
un vehículo portador de alúmina, y la proporción atómica -
15 entre el cobalto más el níquel y el molibdeno está compren-
dida entre 1 a 5 y 1 a 1.

6. Un procedimiento como el que se describe en cual
quiera de las Reivindicaciones 1 a 4, en el cual el catali-
zador comprende óxidos de cobalto y molibdeno sobre un vehí-
culo portador de alúmina, y la proporción atómica entre el
20 cobalto y el molibdeno está comprendida entre 1 a 5 y 1 a 1.

7. Un procedimiento como el que se describe en cual
quiera de las Reivindicaciones 1 a 4, en el cual el catali-
zador comprende óxidos de níquel y molibdeno sobre un vehí-
culo portador de alúmina, y la proporción atómica entre el
25 níquel y el molibdeno está comprendida entre 1 a 5 y 1 a 1.

8. Un procedimiento como el que se describe en cual
quiera de las Reivindicaciones 1 a 4, en el cual el catali-
zador comprende óxidos de cobalto, níquel y molibdeno sobre
un vehículo portador de alúmina, en el cual la cantidad de
30



1 cobalto como CoO , más el níquel como NiO , está comprendida, aproximadamente, entre el 1 y el 5 % en peso; la cantidad de molibdeno como MoO_3 varía, aproximadamente, entre el 2 y el 50% por peso, y el resto es alúmina.

5 9. Un procedimiento como el que se describe en cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 4, en el cual el catalizador comprende óxidos de cobalto y molibdeno sobre un vehículo portador de alúmina, en el cual la cantidad de cobalto como CoO está comprendida, aproximadamente, entre el 1 y el 5% por peso; el molibdeno como MoO_3 varía, aproximadamente, entre el 2 y el 50% por peso, y el resto es alúmina.

10 10. Un procedimiento como el que se describe en cualquiera de las Reivindicaciones 1 a 4, en el cual el catalizador comprende óxidos de níquel y molibdeno sobre un vehículo portador de alúmina, en el cual el níquel como NiO se encuentra presente en una cantidad comprendida en la escala comprendida, aproximadamente, entre el 1 y el 5% por peso, el molibdeno como MoO_3 se encuentra presente en una cantidad que varía, aproximadamente, entre el 2 y el 20% por peso, y el resto es alúmina.

15 11. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la Patente de Invención que se solicita :
20 "UN PROCEDIMIENTO PARA LA DESINTEGRACION Y LA HIDRODESULFURACION DE UN MATERIAL DE ALIMENTACION DEL RESIDUO DE LA DESTILACION AROMATICA DE VINILO".
25



1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente Memoria descriptiva que consta de veintidós páginas mecanografiadas.

5

Madrid, 19 de Febrero de 1.969

BERNARDO UNGRIA

P.P.

10

15

20

25

30