

P.- 43.156

P 6427 Sp.

374573

374573



Memoria descriptiva

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE <u>B-01</u>
SURCLASE <u>D</u>

para solicitar PATENTE de INVENCION por 20 años

a nombre de "SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ,  
N. V."

entidad / ~~de nacionalidad~~ holandesa

con domicilio en Carel van Bylandtlaan 30, La Haya, Holanda,

por: "PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE LOS COMPONENTES  
DE UNA MEZCLA LIQUIDA". (Clase Internacional B01d)

---



La presente invención se refiere a un procedimiento para separar los componentes de una mezcla líquida, tratándola con una solución acuosa de un agente formador de aducto con el que uno o más de los componentes de la mezcla puedan formar aductos sólidos con relativa facilidad, y uno o más componentes distintos con relativamente menos facilidad, y separando de los restantes componentes de la mezcla los aductos formados.

En los procedimientos conocidos de esta clase, los aductos sólidos separados son descompuestos a menudo mediante agua caliente, lo que hace que sean liberados los componentes de la mezcla que han formado aducto, y se forme una solución acuosa del agente formador de aducto.

Aunque tal procedimiento es bastante fácil de realizar, y por tanto parecería atractivo, el coste implicado es bastante alto, debido a que la solución acuosa del agente formador de aducto, formada por la antes mencionada descomposición del aducto, no puede ser simplemente usada de nuevo para tratar una cantidad nueva de mezcla líquida. Debido a ella esta solución contiene generalmente mucha agua, lo cual en la zona de formación de aducto, provoca fácilmente la formación de aglomerados pegajosos de partículas de aducto, los cuales son difíciles de separar. Por tanto, normalmente esta solución ha de ser concentrada por vaporación, para que la solución concentrada pueda ser usada sin dificultades para tratar nuevas cantidades de la mezcla a dividir.

Se ha hallado ahora que el coste del procedimiento puede ser reducida drásticamente y, por tanto, su atractivo téc-

**374573**



nico puede ser reforzado sustancialmente, efectuando juntas la -  
concentración de la solución del agente formador de aducto y la -  
formación del aducto.

5 Por tanto, la invención se refiere a un procedimiento  
para separar los componentes de una mezcla líquida, tratándola -  
con una solución acuosa de un agente formador de aducto con el que  
uno o más de los componentes de la mezcla puedan formar aductos -  
sólidos con relativa facilidad, y uno o más componentes distin -  
tos con relativamente menos facilidad, y separar los aductos for-  
10 mados de los restantes componentes de la mezcla, en el que el -  
tratamiento se efectúa en una zona de formación de aducto en -  
que la presión y temperatura se mantienen en tal valor que dicha  
solución del agente formador de aducto hierva y sea concentrada  
por evaporación durante el tratamiento.

15 En contraste con los métodos conocidos, el procedi -  
miento según la invención no requiere un dispositivo de evapora -  
ción separado, debido a que tanto la concentración por evapora -  
ción como la formación de aducto se efectúan en la misma zona. -  
Por tanto, la solución de partida del agente formador de aducto -  
20 puede tener cualquier concentración que se desee, y puede estar -  
saturada o sin saturar.

En el presente procedimiento, la solución acuosa, en  
principio, puede ser concentrada por evaporación hasta cualquier  
concentración deseada. Sin embargo, preferiblemente, la evapora -  
25 ción de la solución de agente formador de aducto se continúa has -  
ta que se haya formado una suspensión de granos que contienen -  
aducto, en los componentes de la mezcla. Cada grano contiene -  
finas partículas de aducto mantenidas juntas por la solución de -  
agente formador de aducto, debido a que esta solución puede ser -  
30 vir de agente aglutinante de las partículas de aducto. Estos -

374573

1051



5 grancs pueden ser tratados muy fácilmente para convertirlos en -  
gránulos mayores y más duros, en un granulador, por ejemplo en -  
el descrito en la memoria descriptiva de la patente británica -  
núm. 1.024,475. Para ello, los aductos formados, junto con el -  
líquido restante, son llevados al granulador. Subsiguientemente,  
los gránulos duros formados en este dispositivo pueden ser libe-  
rados de líquido en un simple tamiz, por ejemplo un tamiz vibra-  
torio o un filtro de banda de tamiz, y lavados con un diluyente.  
Tras haber sido lavados, los gránulos contendrán solo una pequeña  
10 cantidad de compuestos que no están en forma de aductos.

La evaporación de la solución de agente formador -  
de aducto se puede continuar también hasta que la solución haya -  
perdido prácticamente toda su agua. Sin embargo, en este caso, -  
los aductos ya no forman granos, sino partículas finas. Estas -  
15 partículas finas pueden ser aisladas de cualquier manera adecua-  
da, por ejemplo con ayuda de uno o más hidrociclones o centrífu -  
gas. También es posible hacer pasar a un granulador las partícu -  
las finas, junto con cualquier líquido restante, y tratar estas -  
partículas hasta convertirlas en gránulos, tras adición de un -  
20 agente aglutinante, por ejemplo una ciertacantidad de agua o una  
solución de agente formador de aducto.

Dado que la solución de agente formador de aducto  
puede ser evaporada hasta una concentración muy alta, en el pro-  
cedimiento de la invención es posible convertir en aductos una -  
25 parte muy grande del agente formador de aducto introducido en -  
la zona de formación de aducto.

En general, el vapor formado por la evaporación -  
puede contener, además de agua, una pequeña cantidad de compo -  
nentes de la mezcla evaporados, y/o posiblemente vapor de un -  
30 diluyente que puede haber sido usado para la mezcla a dividir.

13.11.69.

- 4 -  
**374573**

13.11.69



5 Como se ha mencionado antes, los aductos formados son -  
aislados de los restantes componentes de la mezcla. Los aductos -  
pueden ser usados para cualquier fin adecuado. Usualmente, los -  
aductos son descompuestos en sus partes componentes, es decir, -  
en agente formador de aducto y en componentes de la mezcla, pero  
los aductos pueden ser aplicados también para otros fines, por -  
ejemplo como constituyentes de abonos.

10 Los aductos pueden ser descompuestos de cualquier manera  
adecuada, por ejemplo calentándolos o poniéndolos en contacto con  
amoníaco líquido. Entre las diversas posibilidades para descompo -  
ner aductos, hay una que es muy ventajosa en el marco del proce -  
dimiento según la invención. Esta realización ventajosa comprende  
la recuperación del agente formador de aducto, como solución acuo -  
sa, a partir de los aductos separados. Esta recuperación se puede  
15 efectuar calentando los aductos con agua, lo que tiene como resul -  
tado la formación de una solución acuosa de agente formador de -  
aducto, y una fase líquida que contiene compuestos que forman -  
aductos con relativa facilidad. La solución acuosa así formada -  
puede ser usada de nuevo, como tal, para tratar con ella una can -  
tidad nueva de la mezcla líquida sin necesidad alguna de que sea  
20 concentrada antes. Por tanto, de hecho preferiblemente, la solu -  
ción recuperada es recirculada a la zona de formación de aducto, -  
sin previa concentración por vaporación.

25 El coste de esta realización del procedimiento según -  
la invención se puede reducir aún más usando el calor de los va -  
pores que se originan de la solución hirviente de agente formador  
de aducto, para la recuperación de una solución acuosa de agente  
formador de aducto.

30 Para ello, al menos una parte del vapor del que se ha -  
de retirar el calor puede ser pasada a una o más zonas en que se



efectúa esta recuperación, y en las que el calor en cuestión es  
retirado del vapor mediante intercambio indirecto de calor (si  
se requiere con ayuda de más de un cambiador de calor, conectados,  
por ejemplo, en serie, en paralelo, o en una combinación de ambas  
5 formas). Sin embargo, preferiblemente, esta eliminación de calor  
se efectúa comprimiendo los vapores que se originan de la solución  
hirviente de agente formador de aducto, y retirando el calor, al  
menos en parte, mediante intercambio indirecto de calor usando  
los vapores comprimidos. Esto hace posible condensar al menos par-  
10 te del vapor con agua, y usar el agua calentada de esta manera,  
por ejemplo para la recuperación de agente formador de aducto en  
forma de solución acuosa. Sin embargo, preferiblemente, se pone  
en contacto directo con los aductos separados una cierta canti-  
dad de vapor comprimido del que se ha de retirar el calor. Esta  
15 realización preferida del presente procedimiento implica un con-  
siderable ahorro de gastos de calor, debido a que al menos una  
parte sustancial del calor de condensación del vapor contribuirá  
directamente al calor requerido para la descomposición del aducto.

Si la mezcla a separar en sus componentes tiene una vis-  
20 cosidad relativamente baja, a menudo puede ser llevada a la zona  
de formación de aducto sin haber sido diluida. Sin embargo, como  
la mayoría de las mezclas a dividir tienen una viscosidad relati-  
vamente grande, también se introduce preferiblemente un diluyen-  
te en la zona de formación de aducto. En principio se puede  
25 aplicar cualquier diluyente adecuado. Dado que el calor despren-  
dido en la formación del aducto es eliminado, al menos en parte,  
por la evaporación de agua, no es necesario aplicar diluyentes  
volátiles, tal como diclorometano; por tanto, en el procedimiento  
según la invención se aplica preferiblemente un diluyente que,  
30 a la temperatura mantenida en la zona de formación de aducto,

374573

05 DIC



5 tenga una presión de vapor menor que la presión mantenida en -  
esta zona. El diluyente puede ser tal que disuelva a toda la -  
mezcla a dividir (bajo las condiciones del procedimiento); pero  
también es posible que disuelva solo a aquellos componentes que  
forman aductos con relativa facilidad, o a los otros componentes  
de la mezcla.

10 El diluyente puede ser introducido en la zona de  
formación de aducto de cualquier manera adecuada, por ejemplo -  
por separado, o con la mezcla líquida a dividir ya disuelta en-  
él. También es posible pasar el diluyente a la zona de formación  
de aductos junto con tanto la mezcla a dividir como la solución -  
en agua del agente formador de aducto.

15 La cantidad de material sólido por unidad de volu-  
men de líquido presente en la zona de formación de aducto se -  
puede controlar por la cantidad de diluyente, si lo hay, que se  
introduce en la zona de formación de aducto. Esta cantidad de -  
material sólido puede ser controlada también recirculando a la -  
zona de formación de aducto parte de los componentes de la mez -  
cla que quedan tras la separación de los aductos formados. Estos  
20 componentes de la mezcla que son recirculados pueden estar di -  
sueltos en un diluyente. Tal recirculación es particularmente -  
importante si la mezcla líquida a separar tiene un contenido re-  
lativamente grande (por ejemplo 40% en peso) de compuestos con -  
los que es relativamente fácil formar aductos. El líquido que -  
25 no es recirculado a la zona de formación de aducto puede ser -  
tratado de cualquier manera adecuada; por ejemplo, puede ser di-  
vidido en compuestos que no han formado aducto, y cualquier di-  
luyente presente, mediante destilación. El diluyente así recupe-  
rado puede ser usado de nuevo en el procedimiento, si se desea.

30 Desde luego, un buen contacto entre la solución -

374573



de agente formador de aducto introducida en la zona de formación de aducto, y la mezcla a separar, es beneficioso para la velocidad a que se forman los aductos. A continuación se describen dos tipos de medidas que promueven este contacto.

5 El primer tipo consiste en introducir la solución de agente formador de aducto, en la zona de formación de aducto, en mezcla con la mezcla a dividir, por ejemplo por inyección. Los aductos se forman a velocidad aún mayor si esta introducción se efectúa por atomización. Aunque se obtienen ya resultados razonablemente buenos cuando la solución de agente formador de aducto es atomizada por separado, de hecho es preferible atomizar junto con la mezcla a separar. La atomización se puede efectuar aplicando una diferencia de presión comprendida, por ejemplo, entre 5 y 50 kg/cm<sup>2</sup>.

15 El segundo tipo de medida consiste en mantener en movimiento los aductos y líquido presentes en la zona de formación de aducto. Esto refuerza la rápida evaporación del disolvente del agente formador de aducto presente en la zona de formación de aducto, con el resultado de que ahora formarían aducto los compuestos que forman aducto con relativa facilidad que no hayan formado aún aducto. El mantener el movimiento se puede efectuar de cualquier manera adecuada, por ejemplo con ayuda de un agitador accionado mecánicamente.

25 Otra ventaja del procedimiento según la invención es que da gran rendimiento de aducto en un período de tiempo relativamente corto, por ejemplo ya en menos de 30 min. Si se aplican los dos tipos de medidas antes mencionadas, se puede obtener gran rendimiento de aducto en menos de 10 min, por ejemplo entre 1 y 5 min. En relación con esto, se ha de entender el término "rendimiento de aducto" como tanto por ciento, de la

**374573**



cantidad de compuestos que forman aducto con relativa facilidad presentes en la mezcla a separar, que se recupera en los aductos sólidos separados.

5 En principio, el procedimiento según la invención permite la aplicación de cualquier material soluble en agua que sea capaz de formar aductos sólidos con ciertas sustancias. Los materiales conocidos como tales son ciertos cloruros metálicos, tal como tricloruro de antimonio, y también la urea y sus productos de sustitución y derivados. La urea y tiourea (puras o no) son compuestos que son particularmente adecuados para ser aplicados en el procedimiento según la invención. Preferiblemente, se aplica como agente formador de aducto la urea, particularmente debido a que la urea es muy soluble en agua. Sobre todo, la urea se aplica mezclada con biuret, que se puede haber formado durante el procedimiento.

10

15

Además, la aplicación de urea como agente formador de aducto, en el procedimiento según la invención, permite mantener una temperatura relativamente alta en la zona de formación de aducto, lo que hace posible condensar los vapores que se originan de la solución de urea hirviendo, mediante intercambio de calor con un agente de enfriamiento que tiene una temperatura al menos sustancialmente igual a la temperatura ambiente, a una presión que es al menos sustancialmente igual a la presión mantenida en la zona de formación de aducto. El intercambio de calor puede ser directo o indirecto. El agente de enfriamiento es, por ejemplo, aire o agua fría. Preferiblemente, el condensado relativamente frío formado de los vapores, es usado de nuevo en el procedimiento, particularmente para la recuperación de urea como solución acuosa, a partir de los aductos separados. Esto proporciona otra manera de hacer uso eficaz de los vapores en cuestión

20

25

30



además de la antes descrita, en que para tal recuperación se usa el calor presente en los vapores. Desde luego, las dos pueden aplicarse al mismo tiempo. Para la aplicación de urea como agente formador de aducto, la temperatura mantenida en la zona de formación de aducto está comprendida preferiblemente entre 30 y 70°C, y en particular entre 45 y 60°C. A estas temperaturas relativamente altas, los rendimientos de aductos de urea son aún relativamente grandes. Una ventaja adicional de aplicar estas temperaturas relativamente altas es que la formación de aductos es más selectiva, respecto a los compuestos que forman fácilmente aducto. Desde luego, el procedimiento se puede efectuar también con ayuda de urea a temperatura relativamente baja, por ejemplo de 15 a 30°C; en este caso se recomienda comprimir el agua evaporada, como se ha descrito antes.

La presión en la zona de formación de aducto ha de ser tal que la solución de agente formador de aducto presente en esta zona hierva a la temperatura reinante. Por ejemplo, la presión puede ser como máximo 85,5 mm Hg si se introduce una solución de urea en una zona de formación de aducto en la que se mantenga una temperatura de 60,3°C, o 36,5 mm Hg si esta temperatura es de 40,0°C.

El calor requerido para concentrar por evaporación la solución acuosa hasta el grado requerido puede ser suministrado, además de por el calor desprendido durante la formación de aducto, también elevando la temperatura del diluyente y/o de la mezcla a separar y/o del líquido recirculado a la zona de formación de aducto. Una ventaja adicional del procedimiento según la invención es que la cantidad de agua evaporada, y por tanto el grado de concentración, se pueden ajustar también de otra manera muy sencilla, concretamente ajustando la presión en la

13.11.69.

374573



zona de formación de aducto. Por ejemplo, si se reduce la presión, la solución de agente formador de aducto será concentrada por evaporación en mayor grado, lo que hará que se reduzca la temperatura en la zona de formación de aducto.

5 El agente formador de aducto se puede aplicar en cantidad mayor que, igual a o menor que la cantidad estequiométricamente requerida para formar aducto con todos los compuestos que forman fácilmente aducto presentes en la mezcla de partida.

10 Por lo general, se aplica una cantidad mayor que la cantidad estequiométrica.

15 Como ya se ha indicado antes, los aductos formados pueden ser separados del líquido restante, por ejemplo, con ayuda de uno o más filtros, tamices, centrifugas, hidrociclones, o combinaciones de ellos, conectados después de la zona de formación de aducto. Muy a menudo basta con un tamiz. Cualquier cantidad de agente formador de aducto sólido aún presente será usualmente separada junto con el aducto; cualquier líquido de lavado usado para los aductos (para lo cual se puede tomar diluyente) quedará en el líquido restante, al menos la mayor parte, y esto es también válido para cualquier exceso de mezcla a dividir.

20 El presente procedimiento se puede aplicar a toda clase de mezclas que contengan componentes que formen aductos, además de componentes que formen aductos en menor grado, si es que los forman, bajo las condiciones de trabajo aplicadas. Estas mezclas pueden contener, por ejemplo, hidrocarburos (estén o no sustituidos de alguna manera), pero también compuestos que no sean hidrocarburos, tal como alcoholes, ácidos carboxílicos y similares. Son mezclas adecuadas para tratamiento con urea o tiourea, por ejemplo, aquellas que contienen compuestos de cadena rectilínea además de otros compuestos; si se aplica urea, los primeros



compuestos son aquellos que forman aductos con relativa facilidad, y los últimos aquellos que forman aductos con relativamente menor facilidad, y si se usa tiourea sucede lo contrario. El procedimiento según la invención es particularmente adecuado para tratar con urea o tiourea mezclas que contienen hidrocarburos de -  
5 cadena rectilínea, en particular parafínicos, además de otros - hidrocarburos. En este caso se pueden usar, como diluyentes que a la temperatura mantenida en la zona de formación de aducto tienen una presión de vapor menor que la presión mantenida en esa zona,  
10 querosenos y gas oils ligeros, por ejemplo un aceite de hidrocarburo que hierva entre 150 y 250°C. Se obtienen rendimientos muy - grandes de aducto si el diluyente aplicado es una fracción de - hidrocarburo que contenga parafinas de cadena rectilínea y aromáticos, mezclados o no con hidrocarburos cicloalifáticos. Las -  
15 ventajas importantes que acompañan al uso de hidrocarburos como diluyentes son que, a diferencia del diclorometano, no son corrosivos, y que tienen un calor de evaporación relativamente bajo. La última ventaja se pone claramente en evidencia por el hecho - de que se requiere relativamente poco calor para separar de los -  
20 restantes componentes de la mezcla los últimos hidrocarburos - mencionados.

Son mezclas de hidrocarburos adecuadas, por ejemplo, aquellas obtenidas mediante procedimientos de craqueo, llevados a cabo o no en presencia de hidrógeno, en particular un aceite -  
25 (pesado) de ciclo. Otro ejemplo es un refinado obtenido poniendo en contacto tal aceite con un disolvente selectivo de los aromáticos, tal como furfural; otros ejemplos son fracciones de - petróleo directas obtenidas por destilación en una sola etapa - o en etapas múltiples, en particular gas oils y destilados cé -  
30 reos de alto punto de ebullición que se obtienen mediante desti-



lación bajo vacío, tales como los que se pueden obtener, por -  
ejemplo, de petróleos crudos (se ha de entender que el término -  
"fracciones directas" se refiere también a fracciones que con -  
tienen cera, de las que se haya eliminado de alguna manera parte  
5 de la cera o parte de lo que no es cera, tales como el aceite -  
parcialmente desparafinado, o un aceite que contenga cera tal -  
como cera con petróleo. )

El procedimiento según la invención es particular -  
mente adecuado para preparar gas oils y aceites lubricantes de -  
10 bajo punto de vertido.

A continuación se aclarará el procedimiento según -  
la invención, con referencia al dibujo, en el que en general se -  
ha prescindido de bombas, válvulas, depósitos de almacenamiento,  
instrumentos y otros elementos auxiliares.

15 La fig. 1 de este dibujo muestra diagramáticamente  
el tratamiento de un aceite de hidrocarburo parafínico, empleando  
una realización del procedimiento según la invención, en el que -  
se aplica la condensación del vapor retirado de la zona de forma-  
ción de aducto, en un condensador.

20 El aceite se hace pasar por la tubería 1 al reactor  
2 ( en el caso que se muestra un recipiente con agitación) pero,  
si se desea, otro dispositivo para puesta en contacto, o un sis-  
tema consistente en más de un reactor) en el que el aceite, junto  
con una solución acuosa de urea suministrada por la tubería 3, -  
25 es atomizado por una boquilla de presión, por ejemplo, bajo la -  
influencia de una diferencia de presión comprendida entre 5 y -  
50 kg/cm<sup>2</sup>. En el caso que se muestra, el diluyente es introduci-  
do separadamente en el reactor 2 por la tubería 4. En el reactor  
2 (zona de formación de aducto) se forman aductos entre la urea



y los componentes del aceite parafínico de cadena rectilínea. Por la tubería 5, conectada al reactor 2, se mantiene en el reactor una presión suficientemente baja para que la solución de urea en el reactor hierva y sea concentrada por vaporación. Los vapores formados durante esta concentración por vaporación son conducidos por el condensador 6, en el que son enfriados mediante intercambio indirecto de calor con agua de refrigeración a temperatura ambiente, suministrada por la tubería 7, y en el que son condensados en su mayor parte. Los vapores no condensados son retirados por la tubería 8, y el condensado formado es descargado por la tubería 9. El condensado puede contener una pequeña cantidad de diluyente que, sin embargo, puede ser separado fácilmente del agua en un sedimentador. El reactor 2 está provisto de un agitador 10, que mantiene en movimiento a la suspensión que contiene aducto, presente en el reactor (cuyo nivel está indicado por una línea de trazos). Por encima de este nivel está presente una fase gaseosa, en la que se atomizan la mezcla de partida y la solución de urea. Desde luego, la mezcla de partida y la solución de urea pueden ser atomizadas también por debajo de este nivel. La temperatura en el reactor 2 puede ser ajustada, por ejemplo, controlando la temperatura del líquido suministrado por las tuberías 1, 3 y/o 4, y/o la presión mantenida por las tuberías 5 y 8.

La suspensión que contiene aducto obtenida en el reactor 2 es conducida por la tubería 12, con ayuda de una bomba 13, y por la tubería 14, hasta un separador 15 de aducto (en este caso un filtro de banda de tamiz, pero, si se desea, puede ser otro tipo de filtro, otro tipo de separador, tal como una o más centrifugas o hidrociclones, o un grupo de al menos dos dis-

13.11.69.

374573



positivos de separación). Durante la separación los aductos son lavados con un diluyente suministrado por la tubería 16, para - eliminar cualquier aceite adherido. (Desde luego, los aductos - pueden ser lavados también después de haber sido separados).

5 Los aductos lavados son conducidos por la tubería - 17 a una zona de descomposición de aducto, que en este caso comprende un depósito de descomposición 19, provisto de un agitador 18. En el depósito 19 los aductos son puestos en contacto con - agua suministrada por la tubería 20 (si se requiere, total o - 10 parcialmente recirculada de la tubería 9). La presión en el depósito 19 puede ser la atmosférica, por ejemplo. El calor requerido para la descomposición puede ser suministrado de cualquier - manera adecuada, por ejemplo mediante alta temperatura del agua suministrada por la tubería 20 y/o por suministro mediante un - 15 dispositivo 21 de calentamiento, que puede trabajar, por ejemplo, con vapor de agua o agua. En vez de agua se puede introducir en el depósito 19 por la tubería 20 vapor de agua, o una mezcla de - vapor de agua y agua. Por la tubería 22 se descarga del depósito 19 una mezcla líquida, la cual mezcla es dividida en el separador 23 en una solución acuosa de urea, que es descargada por - 20 la tubería 3, y una fase aceitosa que es descargada por la tubería 24. Si se requiere se puede suministrar solución de urea nueva adicional, y/o urea sólida. Análogamente, se puede retirar solución de urea en algún otro sitio del sistema.

25 El filtrado formado en el separador 15 de aducto - contiene los compuestos que no han formado aducto en el reactor- 2, disueltos en diluyente, y es descargado por la tubería 25. - Este filtrado puede ser fraccionado en un separador (que no se - muestra), en una fracción de cabeza consistente, al menos prin - 30 cipalmente, en diluyente, y una fracción de cola que está al me-



nos sustancialmente exenta de diluyente, y consiste al menos en su mayor parte en parafinas. La fracción de cabeza se puede usar de nuevo, si se desea, por recirculación por la tubería 4.

5 La fig. 2 muestra diagramáticamente el tratamiento de un aceite de hidrocarburo que contiene cera, empleando otra - realización del procedimiento según la invención, en la que el - vapor de agua retirado del reactor, tras haber sido comprimido, es usado para descomponer el aducto. Los artículos 1 a 25 (en la medida en que están presentes) sirven para fines similares a -  
10 los discutidos en relación con la fig. 1. La presente realización difiere de la que se muestra en la fig. 1 en que los vapores retirados por la tubería 5 son comprimidos con ayuda de un compresor 26, y los vapores comprimidos son conducidos por la tubería 27 al depósito 19 de descomposición, en el cual, según la invención, se ponen en contacto directo con los aductos. La temperatura -  
15 en el depósito 19 es, por ejemplo, de 80 a 90°C. Dado que esta compresión puede producir más calor que el necesario para mantener la temperatura requerida en el depósito 19, si se requiere se puede eliminar calor de este depósito. Para ello, el depósito 19 puede estar provisto de, por ejemplo, un serpentín de -  
20 enfriamiento (que no se muestra). Los vapores comprimidos suministrados por la tubería 27 pueden ser enfriados también algo, y ser parcialmente condensados de antemano. Otra posibilidad es - condensar los vapores producidos en el depósito 19, y recircular el condensado formado al depósito, si se requiere.  
25

Dado que en el caso que se muestra la presión reinante en el depósito 19 es menor que la atmosférica, se retiran vapores del depósito por la tubería 28. Desde luego, los vapores retirados pueden ser condensados parcialmente, y el condensado

30

14.11.69.

- 16 -

374573



formado puede ser usado de nuevo en algún otro sitio del procedimiento.

El procedimiento según la invención será aclarado también con ayuda de los siguientes ejemplos.

5

Ejemplo I

10

15

20

El material de partida fué un destilado de hidrocarburo que tenía un intervalo de ebullición de 350 a 480°C, y que contenía 43% en peso de compuestos quepodían formar aducto con relativa facilidad. Este destilado fué disuelto en 30 partes en volumen de queroseno de intervalo de ebullición de 160 a 220°C. El queroseno contenía 23% en peso de n-alcanos, 56% en peso de isoalcanos más cicloalcanos, y 21% en peso de hidrocarburos aromáticos. El material de partida disuelto fué mezclado con 2,20 partes en volumen (calculado tomando como base el material de partida) de una solución acuosa de urea que estaba saturada a 60°C, y la mezcla (que tenía una temperatura de 70°C) fué atomizada a una presión de 43 kg/cm<sup>2</sup> manom. a través de estrechas aberturas, a la parte superior de un depósito de formación de aducto, en el que se mantenía una presión de 3 cm Hg con ayuda de un sistema de extracción. El depósito tenía una capacidad de 40 litros, tenía forma cilíndrica con un diámetro de 30 cm, y la parte del fondo, de forma cónica, estaba provista de una salida. La temperatura en el recipiente era 56,5°C.

25

30

La solución de urea se concentró tanto por evaporación que la suspensión de aducto presente en el depósito contenía aductos granulares. Los aductos fueron filtrados, lavados con alcoholes ligeros, suspendidos de nuevo en una cantidad nueva de alcohol ligero, filtrados y lavados. Después de haber sido lavados y secados los aductos, la pesada reveló que había forma-



do aductos el 74,5% de los compuestos que podían formar aducto presentes en el destilado original.

### Ejemplo 2

5 Se repitió el experimento descrito en el ejemplo 1, con la diferencia de que la presión en la zona de formación de aducto fué 2 cm Hg, la temperatura en el depósito fué 51°C, y el material de partida disuelto fué mezclado con 2,39 partes en volumen (calculado tomando como base el material de partida) de una solución acuosa de urea que estaba saturada a 50°C. En este caso el rendimiento de aducto fué 74%.

### Ejemplo 3

15 En el experimento descrito en este ejemplo se usaron el mismo material de partida y el mismo diluyente mencionados en el ejemplo 1. El material de partida (que tenía una temperatura de 80°C) fué mezclado con 2,59 partes en volumen de una solución acuosa de urea que estaba saturada a 70°C, y la mezcla fué inyectada, a una presión de 1 kg/cm<sup>2</sup>. maom., en la parte superior de un depósito de formación de aductos, en el que se mantenía una presión de 4 mm Hg con ayuda de un sistema de aspiración. En este caso el diluyente fué introducido independientemente en el depósito, en cantidad de 20 partes en volumen por parte en volumen de material de partida. El depósito tenía una capacidad de 1,5 litros, y estaba provisto de un agitador con accionamiento mecánico. La temperatura en el depósito fué 25 50°C.

30 El material de partida fué introducido en el depósito al cabo de corto tiempo, tras lo cual se le dejó permanecer allí durante unos 69 min. Los aductos presentes en el depósito eran granulares y, después de haber sido aislados de la forma descrita en el ejemplo 1, se halló que el rendimiento era 88,5%

14.11.69.

374573



en peso.

#### Ejemplo 4

En una instalación tal como la mostrada en la fig. 1, se mezcló 1 kg/hora del destilado mencionado en el ejemplo 1, que tenía una temperatura de 80°C, con 1 kg/hora de una solución acuosa de urea. La solución acuosa tenía una temperatura de 85°C, y contenía 71,5 g de urea por 100 g de solución. La presión en el reactor fué mantenida a 6 cm Hg, y la temperatura de la suspensión en el reactor fué 50°C. La cantidad de aducto descargado del reactor en la suspensión que contenía aducto fué 0,542 kg/hora. La cantidad de vapor de agua extraída del reactor fué 0,137 kg/hora.

Tras haber sido separados los aductos y lavados con queroseno, fueron descompuestos con agua a 85°C, lo que produjo la formación de una fase aceitosa que contenía 0,128 kg. de compuestos que podían formar aducto. Por tanto, el rendimiento de aducto fué 29,8%, calculado tomando como base los compuestos que podían formar aducto con relativa facilidad originalmente presentes.

#### Ejemplo 5

En una instalación como la mostrada en la fig. 2 se introdujeron en el depósito de formación de aductos descrito en el ejemplo 1 una mezcla de 5 kg/hora del destilado mencionado en el ejemplo 1, que tenía una temperatura de 77°C, y 18,2 kg/hora de una solución acuosa de urea (siendo urea 13 kg/hora de la misma) que tenía una temperatura de 80°C. El diluyente (queroseno que tenía una composición similar a la mencionada en el ejemplo 1) fué introducido en el depósito de formación de aducto en cantidad de 25 kg/hora. La presión en el depósito de formación-



de aducto fué 7 cm Hg, y la temperatura fué 55°C. El tiempo de -  
residencia en el depósito fué 30 min.

5 La suspensión de aducto descargada del depósito de -  
formación de aducto fué tratada en un granulador, hasta formar -  
una suspensión que contenía granos relativamente duros, tras lo -  
cual estos granos fueron separados en un tamiz y lavados con que-  
roseno. Subsiguientemente los granos aislados fueron descompues -  
10 tos en un depósito de descomposición, poniéndolos en contacto -  
a 85°C y 23 cm Hg con vapor de agua que había sido extraído del-  
depósito de formación de aducto, y comprimido a 23 cm Hg. La mez-  
cla líquida formada por esta descomposición fué dividida en 2,0  
kg/hora de compuestos que podían formar aducto, y 18,2 kg/hora -  
de solución acuosa de urea. Por tanto, el rendimiento de compues-  
tos que podían formar aducto fué 93%, calculado tomando como -  
15 base los compuestos que pueden formar aducto con relativa faci-  
lidad presentes en la mezcla de partida. Sin haber sido concen-  
trada por evaporación, la solución acuosa de urea fué mezclada -  
con una cantidad nueva del destilado a separar, y la mezcla re-  
sultante fué llevada al depósito de formación de aducto, para -  
20 tratamiento.

Esta Solicitud, que corresponde a la presentada -  
en Holanda el 16 de Diciembre de 1.968, bajo el número 6818024,  
se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto  
sobre Propiedad Industrial.

25

30

14.11.69.



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:

- 5
- 1)
- Procedimiento para la separación de los componentes de una mezcla líquida, tratándola con una solución acuosa de un agente formador de aducto que con uno o más de los componentes de la mezcla puede formar aductos sólidos con relativa facilidad, y con uno o más de los otros componentes con relativamente menos facilidad, y separando de los restantes componentes de la mezcla los aductos formados, caracterizado por que el tratamiento se efectúa en una zona de formación de aducto en la que se mantienen una presión y temperatura tales que dicha solución del agente formador de aducto hierve y es concentrada por evaporación durante el tratamiento.
- 10
- 2)
- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque la solución de agente formador de aducto es concentrada por vaporación, en tal grado que se forma una suspensión de granos que contienen aducto en los componentes de la mezcla.
- 15
- 3)
- Procedimiento según las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque el agente formador de aducto es recuperado de aductos separados, en forma de solución acuosa.
- 20
- 4)
- Procedimiento según la reivindicación 3, caracterizado porque la solución recuperada es recirculada a la zona de formación de aducto, sin previa concentración por evaporación.
- 25

374573



5) Procedimiento según las reivindicaciones 3 ó 4, caracterizado porque el calor presente en los vapores que se originan de la solución hirviente de agente formador de aducto es usado para la recuperación de la solución acuosa de agente formador de aducto.

6) Procedimiento según la reivindicación 5, caracterizado porque los vapores son comprimidos, y el calor es eliminado de los vapores comprimidos, al menos en parte, por intercambio directo de calor.

7) Procedimiento según la reivindicación 6, caracterizado porque una cierta cantidad de vapor comprimido, del que se ha de eliminar el calor, es puesto en intercambio directo de calor con aductos separados.

8) Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque también se introduce un diluyente en la zona de formación de aducto.

9) Procedimiento según la reivindicación 8, caracterizado porque el diluyente, a la temperatura mantenida en la zona de formación de aducto, tiene una presión de vapor menor que la presión mantenida en esta zona.

10) Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque parte de los componentes de la mezcla que permanecen tras la separación de los aductos formados es recirculada a la zona de formación de aducto.

11) Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la solución de agente formador de aducto es introducida en la zona de formación de aducto en mezcla con la mezcla a dividir.

12) Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque la solución de



agente formador de aducto es atomizada a la zona de formación de aducto.

5 13). Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque los aductos y el líquido presentes en la zona de formación de aducto son mantenidos en movimiento.

14). Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque como agente formador de aducto se aplica urea.

10 15). Procedimiento según la reivindicación 14, caracterizado porque en la zona de formación de aducto se mantiene una temperatura de 30 a 70°C.

15 16). Procedimiento según la reivindicación 15, caracterizado porque en la zona de formación de aducto se mantiene una temperatura de 45 a 60°C.

20 17). Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 14 a 16, caracterizado porque los vapores originados a partir de la solución de urea hirviendo son condensados mediante intercambio directo de calor con un agente de enfriamiento que tiene una temperatura al menos sustancialmente igual a la temperatura ambiente, a una presión al menos sustancialmente igual a la presión mantenida en la zona de formación de aducto.

25 18). Procedimiento según la reivindicación 17, caracterizado porque el condensado formado a partir de los vapores se usa de nuevo en el procedimiento.

19). Procedimiento según la reivindicación 18, caracterizado porque el condensado formado a partir de los vapores es usado para la recuperación de urea de los aductos separados, en forma de solución acuosa.

30 20). Procedimiento según cualquiera de las reivindi-



caciones precedentes, caracterizado porque la mezcla a separar -  
contiene hidrocarburos.

5 21). Procedimiento según la reivindicación 20, ca-  
racterizado porque la mezcla a dividir contiene parafinas de ca-  
dena rectilínea, además de otros hidrocarburos.

22). Procedimiento según las reivindicaciones 20 -  
ó 21, caracterizado porque la mezcla a dividir ha sido obteni -  
da mediante un procedimiento de craqueo, efectuado o no en pre-  
sencia de hidrógeno.

10 23). Procedimiento según la reivindicación 22, ca-  
racterizado porque la mezcla a dividir es un aceite (pesado) -  
de ciclo, o un refinado obtenido tratando tal aceite de ciclo -  
con un disolvente selectivo para los aromáticos, tal como furfu-  
ral.

15 24). Procedimiento según las reivindicaciones 20 -  
o 21, caracterizado porque la mezcla a dividir es una fracción -  
de petróleo directa.

20 25). Procedimiento según la reivindicación 24, ca-  
racterizado porque la mezcla a dividir es un destilado de alto -  
punto de ebullición que tiene alto contenido de cera, y que ha -  
sido obtenido mediante destilación bajo vacío.

25 26). Procedimiento según cualquiera de las reivin-  
dicaciones precedentes, caracterizado porque se aplica como di-  
luyente una fracción de hidrocarburo que contiene parafinas de -  
cadena rectilínea y aromáticos, mezclados o no con hidrocarburos  
cicloalifáticos.

30 27). Procedimiento para dividir una mezcla líquida,  
en particular que contiene hidrocarburos, sustancialmente según  
se ha descrito en lo que antecede, con especial referencia a los  
dibujos y a los ejemplos.

374573



28). Procedimiento para la separación de los compo -  
nentes de una mezcla líquida.

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

5

Esta Memoria consta de veinticinco hojas escritas  
a máquina por una sola de sus caras.

Madrid, 10 5 DIC. 1969

P.A. Alberto de Elizaburu

Por Poder

374573

374573

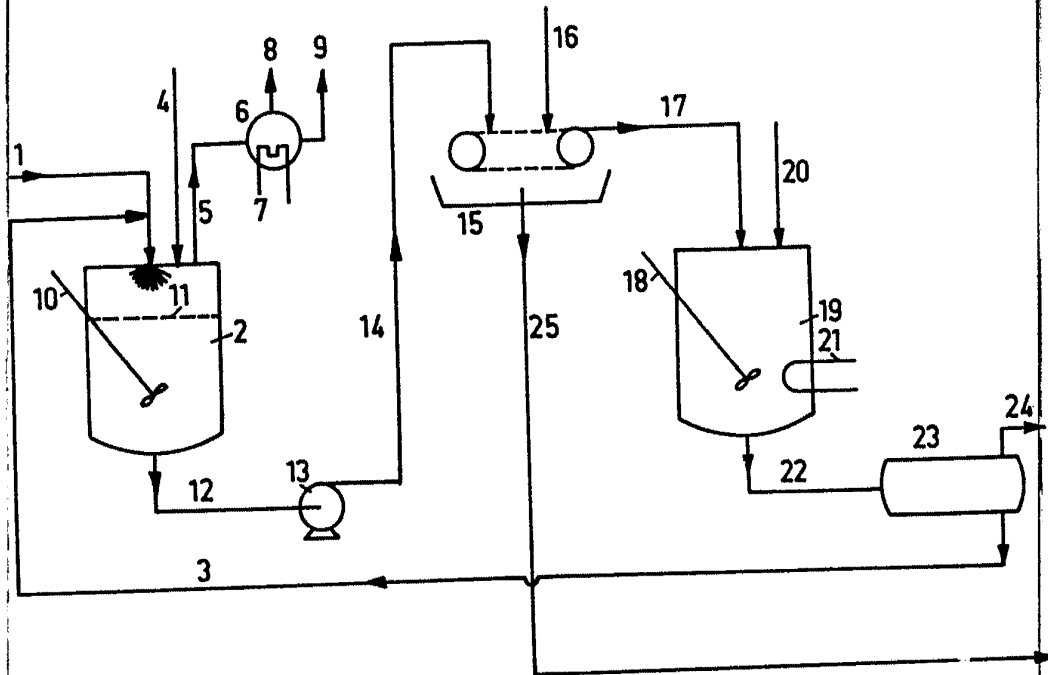


FIG.1

Arte

374573

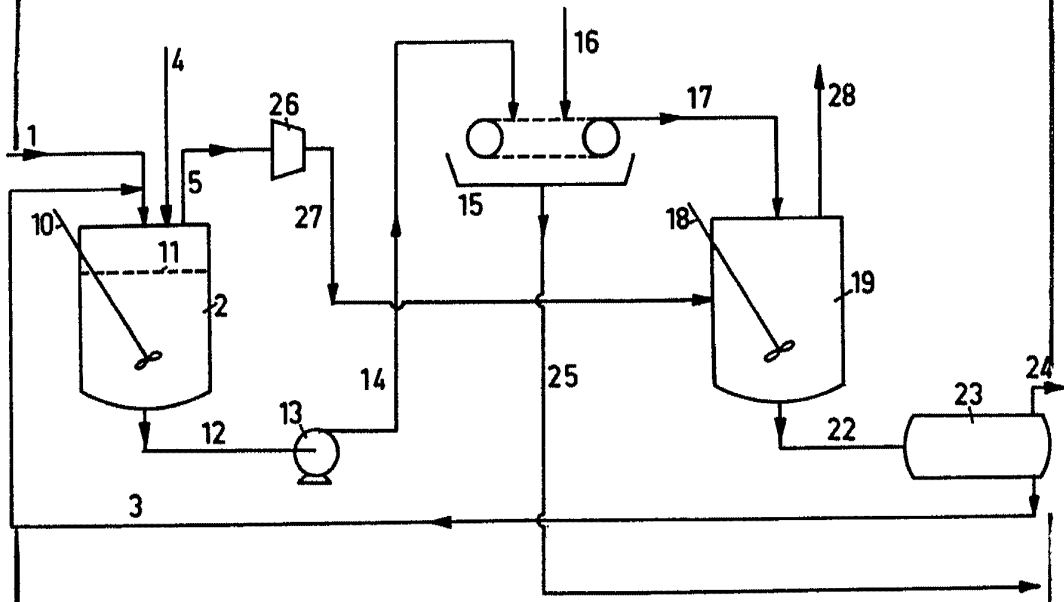


FIG. 2

Per Poder *[Signature]*