

375



PATENTE DE INVENCION

375955

27 ENE. 1970

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE C-02
SUBCLASE e

MEMORIA DESCRIPTIVA

Sobre:

"METODO DE RECUPERACION DE UNA SOLUCION ACUOSA CONCENTRADA DE CL AL DE LODO DE CATALIZADOR DE ALQUILACION DE CL AL CONSUMIDO".
3
3

Solicitante: La compañía norteamericana: CONTINENTAL OIL COMPANY, con domicilio en 1000 South Pine Street. PONCA CITY, OKLAHOMA (U.S.A).

Inventores: Mr. Jerry MacCleskey,
Mr. Georg C. Feighner y
Mr. David W. Marshall.



-Extracto de la descripción-

- En la presente invención se establece un método de separación de lodo de catalizador de alquilación de cloruro aluminico, de una mezcla de alquilato producto y lodo, en cuyo método el alquilato se separa del lodo y pasa a través de una zona de lavado. El líquido empleado en esta zona se introduce luego en una zona de hidrolisis, en la que se hidroliza el lodo separado. Este se deja luego asentar y formar una fase acuosa y una fase orgánica. Luego se recicla a la zona de hidrolisis una porción de la fase acuosa, que contiene al cloruro aluminico, y esta corriente de reciclo, acoplada a la corriente de lavado con líquido procedente de la zona de lavado, efectúa una deseable separación en la segunda zona de asentamiento subsiguiente.
- 5.
- 10.
- 15.

-Fundamento de la invención-

- Esta invención se relaciona con la producción de alquilatos. En un aspecto, la invención se relaciona con un procedimiento para la separación del lodo de catalizador consumido, obtenido en el tratamiento de hidrocarburo con haluros metálicos de un alquilato. En otro aspecto, la invención se relaciona con la recuperación de una solución concentrada de cloruro aluminico de lodo de catalizador de alquilación consumido. En otro aspecto, la invención se relaciona con un método para separar lodo suspendido y ClH gaseoso disuelto del alquilato, una vez que se ha separado éste de la mayor parte del lodo.
- 20.
- 25.

- Los catalizadores Friedel-Crafts, tales como cloruro aluminico, se emplean profusamente como catali
- 30.

375955

27



- zadores en sistemas hidrocarburos, tales como una reacción de olefina con materiales aromáticos para formar - productos aromáticos alquílicos, o una reacción de cloro alquílico con materiales aromáticos para formar -- productos aromáticos alquílicos. Una importante reacción
5. que se ha realizado comercialmente en los últimos años se ha llevado a cabo en la fabricación de alquilatos detergentes biodegradables en los que se emplea cloruro aluminico para catalizar la reacción de benceno con cloruros alquílicos. Sin embargo, en tal reacción se forma como
10. sub-producto un complejo de cloruro aluminico y compuestos orgánicos. Este subproducto se denomina comúnmente "lodo". El lodo ha de separarse del alquilato detergente. Aunque una mayor parte del lodo se separa fácilmente del alquilato detergente al reposar, una proporción
15. menor del mismo permanece suspendido en dicho alquilato, junto con una proporción menor de ClH gaseoso disuelto. La presencia de la proporción menor de lodo y ClH gaseoso disuelto en el alquilato detergente puede ejercer un
20. marcado efecto sobre la calidad de dicho alquilato. Por consiguiente, es deseable separar las cantidades de lodo - suspendido y ClH gaseoso disuelto del alquilato detergente.

- La mayor parte del lodo que se separa mediante
25. asentamiento o mediante asentamiento electrostáticamente inducido, ha sido hidrolizada en el pasado con un exceso de agua, formándose así una solución acuosa diluida de Cl Al, que se desechaba. Aunque se ha reconocido que -
30. sería deseable hidrolizar el todo separado con una proporción menor de agua y recuperar una solución acuosa -



375955

- concentrada de $Cl Al_3$ que podría comercializarse, tal cosa no ha sido factible bajo las condiciones existentes porque, cuando se hidroliza el lodo con 1 volumen aproximadamente de agua por volumen de lodo, que es necesario para formar una solución acuosa concentrada de $Cl Al_3$, se forma una emulsión. Esta resultante emulsión es muy difícil e impracticable de disociar. Así, los constitutivos orgánicos, o el $Cl Al_3$, presentes en el lodo, no pueden separarse y recuperarse. Por consiguiente, para
5. recuperar los constitutivos orgánicos del lodo, la práctica anterior ha consistido en desechar la fase acuosa diluida de $Cl Al_3$. Así, continuamente buscan procedimientos mediante los cuales pueda obtenerse una solución acuosa concentrada de $Cl Al_3$ y que al mismo tiempo proporcionen la separación y recuperación de los constitutivos orgánicos del lodo. Además de proporcionar un beneficio mediante la recuperación de una solución acuosa concentrada de $Cl Al_3$ y de los constitutivos orgánicos a partir del catalizador de alquilación de cloruro aluminico consumido, la recuperación de la solución acuosa de $Cl Al_3$ tiene por resultado la eliminación de un principal elemento contaminador de las corrientes acuosas residuales de la planta de producción.
- 10.
- 15.
- 20.

25. Un objeto de la presente invención es proporcionar un método eficaz para la separación de lodo de catalizador de alquilación del alquilato.

Otro objeto es recuperar un alquilato detergente sustancialmente libre de gas ClH_3 disuelto y de lodo suspendido.

30. Otro objeto es proporcionar un método para

27 ENERO 1970



375955

la recuperación de una solución acuosa de cloruro aluminico del lodo de catalizador de alquilación de cloruro aluminico consumido.

5. Otro objeto de la invención es proporcionar -- un método para recuperar una solución acuosa concentrada de $Cl\ Al$ de lodo de catalizador de alquilación de cloruro aluminico consumido e hidrolizado.

10. Estos y otros objetos, características y ventajas de la presente invención resultarán evidentes para los expertos en la materia mediante la lectura de la siguiente descripción detallada y de las adjuntas reivindicaciones.

15. De acuerdo con la presente invención, se establece un método para separar lodo de catalizador de alquilación de cloruro aluminico consumido de alquilato y recuperar una solución acuosa concentrada de cloruro aluminico de dicho lodo, en cuyo método el efluente de alquilación que contiene al alquilato y al lodo de catalizador de alquilación consumido se pasa desde la zona de
20. alquilación a una primera zona de asentamiento, de manera que el efluente pueda formar una fase de lodo inferior y una fase de alquilato superior. La fase de lodo inferior se retira de la primera zona de asentamiento y se pasa a una zona de hidrolisis, donde el lodo es hidrolizado con una cantidad de agua eficaz para proporcionar una solución concentrada de $Cl\ Al$. El lodo hidrolizado se pasa a una segunda zona de asentamiento,
25. de manera que aquél forme una fase acuosa, que contiene al $Cl\ Al$, y una fase orgánica. Ambas fases se separan y la fase acuosa se divide en una corriente de re-
- 30.

27 ENE. 1970



375955

ciclo y una corriente de producto acuosa que contiene del 25 al 35% en peso de cloruro aluminico. La corriente de reciclaje se pasa a través de una zona de enfriamiento y se devuelve como corriente de reciclaje enfriada a la zona de hidrólisis, para mantener la temperatura al nivel deseado dentro de dicha zona de hidrólisis.

5. El alquilato producto que fue originalmente separado del lodo en la primera zona de asentamiento se pasa a través de una zona de lavado, en virtud de lo cual se separa del alquilato prácticamente la totalidad del ClH gaseoso restante y del lodo suspendido. El líquido empleado como medio de lavado en la zona de lavado se pasa a la zona de hidrólisis para su mezclado con la corriente de reciclaje al objeto de hidrolizar adicional lodo de catalizador y cooperar con la corriente de reciclaje para facilitar un asentamiento más efectivo en la segunda zona de asentamiento.

10. La figura 1ª es un diagrama de flujo esquemático del método de la invención.

15. Las composiciones detergentes preparadas a partir de sales metálicas alcalinas biodegradables de sulfonatos alquil-arilos lineales, tales como la sal sódica de sulfonatos alquil-bencénicos lineales, han sido profusamente empleadas en los últimos años. Estos sulfonatos se fabrican produciendo primeramente un alquilato detergente que, tras su sulfonación y neutralización, produce las sales metálicas alcalinas biodegradables de los sulfonatos alquil-arilos lineales. El alquilato de detergente producido mediante la alquilación, catalizada con cloruro aluminico, de un compuesto arilo con un pro

20.

25.

30.

27 ENE. 1970



375955

5. producto de cloración preparado mediante cloración parcial de una fracción de hidrocarburo derivada de petróleo, consistente esencialmente en parafinas de cadenas rectas C_{10} a C_{18} , tal como se describe en la patente estadounidense nº 3.316.294 (1967), ha producido un subproducto conocido por lodo, que es un complejo de compuestos orgánicos y del catalizador de cloruro aluminico consumido.

10. Es el tratamiento del efluente de la reacción de alquilación que contiene alquilato y lodo de catalizador, para proporcionar un alquilato sustancialmente libre de lodo suspendido y de ClH gaseoso disuelto, y al mismo tiempo la recuperación de una solución acuosa concentrada de Cl_3Al , a lo que se dirige la presente invención.

15. El término "solución acuosa concentrada de Cl_3Al ", tal como se usa en la presente descripción, es una solución acuosa que contiene del 25 al 35% en peso aproximadamente de Cl_3Al . La solución acuosa concentrada de Cl_3Al recuperada mediante el procedimiento de la presente invención puede tratarse por cualquier método adecuado -

20. para purificar tal solución, de manera que pueda comercializarse como solución acuosa de Cl_3Al de grado técnico. Un procedimiento eficaz para purificar la solución acuosa de Cl_3Al recuperada del lodo de catalizador de alquilación de acuerdo con la presente invención, se

25. describe en la solicitud de patente de esta misma fecha, a nombre de la firma solicitante sobre: "Método de recuperación de Cl_3Al a partir de lodo de catalizador de alquilación de Cl_3Al consumido", en la que se reivindica prioridad de la solicitud de patente en U.S.A. número -

30. 805.876, de fecha 10 de Marzo de 1969.



375955

- Con referencia ahora a la figura 1ª del dibujo, se ilustra un diagrama de flujo esquemático del método de separación de lodo de catalizador del alquilato y la recuperación de una solución acuosa concentrada de $Cl Al$ de dicho lodo de catalizador de la presente invención³. El efluente, es decir, la masa de reacción de alquilación cruda, procedente de la zona de reacción de alquilación (no mostrada), se pasa a través del conducto 11 a una primera zona de asentamiento 12, en la que el efluente se mantiene a una temperatura del orden de 38,8 a 82,2°C aproximadamente, durante un tiempo suficiente para permitir que el efluente forme una fase de lodo inferior 14 y una fase de alquilato superior 16. Preferiblemente, el efluente se mantiene a una temperatura de 60 a 76,6°C aproximadamente, durante un tiempo de permanencia de unos 30 a 60 minutos en la primera zona de asentamiento 12. Después de la separación de la fase de lodo 14 y de la fase de alquilato 16, la primera se retira de la zona de asentamiento 12 y se pasa a través del conducto 17 a la zona de hidrólisis, 18, donde dicha fase de lodo 14 se pone en contacto con una cantidad de agua eficaz para hidrolizar tal fase 14. El agua que se introduce en la zona de hidrólisis 18 en el efluente de lavado de la zona de lavado 19, en la que la fase de alquilato 16 se lava para separar lodo de catalizador suspendido y ClH gaseoso disueltos.

La zona de hidrólisis 18 está equipada con adecuados medios de agitación para proporcionar un mezclado minucioso del agua y el lodo, La masa en reacción de estos dos materiales se mantienen a una temperatura de 60 a



375955

71,1°C aproximadamente, durante un periodo de tiempo que permita una hidrolización sustancialmente total del lodo. Cuando éste ha sido hidrolizado, se retira de la zona de hidrólisis 18 y se pasa a través del conducto 21 a una segunda zona de asentamiento 22, en la que el lodo hidrolizado forma una fase acuosa inferior 23 y una fase orgánica superior 24. Puede emplearse cualquier equipo separador de fases adecuado, tal como un sedimentador por gravedad o sedimentador electrostático, como aparato para la primera zona de asentamiento 12 y la segunda zona de asentamiento 22.

El lodo hidrolizado se mantiene en la segunda zona de asentamiento 22 a una temperatura del orden de 38,8 a 82,2°C aproximadamente, durante un periodo de tiempo eficaz para formar la fase acuosa 23 y la fase orgánica 24. Preferiblemente, el lodo hidrolizado se mantiene a una temperatura de 60 a 76,6°C durante un tiempo de permanencia de unos 30 a 60 minutos en la segunda zona de asentamiento 22. Luego se retira de esta zona la fase orgánica 24 y se pasa a través del conducto 26 a una zona de purificación y separación (no mostrada) para la recuperación de los constitutivos orgánicos deseados. Tales procesos de purificación y separación son bien conocidos en la técnica.

La fase acuosa 23 se retira de la segunda zona de asentamiento 22 a través del conducto 27. Esta fase acuosa es la solución acuosa concentrada de cloruro aluminico que contiene del 25 al 35% en peso aproximadamente de Cl Al. La fase residual 23 que pasa a través del conducto 27 se divide en una corriente de recicló y una

375955

27 ENE. 1970



5. corriente de producto. La corriente de recicló que se pasa a través del conducto 28, que se encuentra en comunicación fluida con el conducto 27, se devuelve a la zona de hidrólisis 18 a un ritmo suficiente para mantener una relación volumétrica entre solución acuosa concentrada de cloruro aluminico y lodo de catalizador en la zona de hidrólisis 18 de 2:1 a 15:1 aproximadamente. Preferiblemente, la relación volumétrica entre solución acuosa concentrada de cloruro aluminico y lodo de catalizador en la zona de hidrólisis 18 es de 6:1 aproximadamente. Además, preferimos emplear una corriente de recicló que contenga aproximadamente del 25 al 27% en peso de $Cl Al_3$ para asegurar que éste no salga de la solución acuosa.

10. La corriente de recicló, antes de su introducción en la zona de hidrólisis 18 a través del conducto 22, se pasa primeramente a través de la zona de enfriamiento 29, situada entre el conducto 27 y la zona de hidrólisis 18. La zona de enfriamiento 29 puede constar de cualquier equipo adecuado tal como un cambiador de calor refrigerado con agua. El enfriamiento de la corriente de recicló es importante porque la temperatura de la reacción de hidrólisis exotérmica se controla mediante el control de la temperatura de la corriente de recicló y el paso de esta corriente a la zona de hidrólisis 18, al objeto de mantener el deseado nivel de temperatura dentro de esta zona 18. Mediante el control de la temperatura y de la cantidad de corriente de recicló enfriada devuelta a la zona de hidrólisis 18, puede mantenerse la temperatura en esta zona dentro del orden de 38,8 a 82,2°C aproximadamente.



375955

- La fase alquilato 16 que fue originalmente separada de la fase de lodo inferior 14 en la primera zona de asentamiento 12, contiene una cantidad menor de lodo de catalizador suspendido y de ClH gaseoso disuelto. Como anteriormente se indica, la presencia de incluso la proporción menor de lodo de catalizador suspendido y ClH gaseoso disuelto en el alquilato produce efectos indeseables sobre la calidad del producto. Para separar el lodo de catalizador suspendido y el ClH gaseoso, la fase alquilato superior 16 se retira de la primera zona de asentamiento 12 y se pasa a través del conducto 31 a la zona de lavado 19, en la que se separan los contaminadores indeseados de la corriente de producto alquilato con un líquido de lavado. Preferiblemente, el procedimiento de lavado es un proceso continuo mediante el cual el líquido de lavado se inyecta en la zona de lavado 19 en la proporción superior de la misma a través del conducto 32 y se introduce la fase alquilato 16 en la porción inferior de dicha zona 19 a través del conducto 31. El lavado del alquilato se efectúa a una temperatura del orden de 21, 1 a 65,5°C aproximadamente. El alquilato purificado se retira de la porción superior de la zona de lavado 19 y se pasa a través del conducto 33 a un medio de almacenamiento (no mostrado). El líquido de lavado, que contiene ahora al lodo de catalizador suspendido y al ClH gaseoso disuelto que se separarón de la fase alquilato, se retira de la porción inferior de la zona de lavado 19 a través del conducto 34 y se pasa a la zona de hidrólisis 18, en la que el líquido de lavado y la corriente de recicló cooperan hidrolizando la fase de
- 5.
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

375955

27 ENL.



lodo inferior 14 y al mismo tiempo facilitando la separación de fases de la solución acuosa concentrada de Cl Al en la segunda zona de asentamiento 22. Si fuese deseable, el conductor 34 puede estar en comunicación fluida con el conducto 28 que lleva la corriente de reciclo, en un punto situado entre la zona de enfriamiento 29 y la zona de hidrólisis 18, como se muestra en el dibujo.

10. El líquido de lavado empleado en la extracción a contracorriente anteriormente descrita de lodo de catalizador suspendido y ClH gaseoso disuelto del alquilato, es un Cl Al acuoso diluido o agua. El efluente de lavado contendrá al Cl Al separado y por lo tanto una solución acuosa diluida de Cl Al, aun cuando se emplee agua como líquido de lavado. Sin embargo, ha de ponerse cuidado, cuando se emplee una solución acuosa diluida de Cl Al como fluido de lavado inicial, en asegurar que la resultante solución acuosa concentrada de Cl Al formada en la segunda zona de asentamiento 22 no exceda del 35% en peso de Cl Al, debido a la decreciente solubilidad de la solución de Cl Al a superiores concentraciones y al efecto de la concentración de ClH sobre la solubilidad. Se han obtenido resultados deseables cuando el fluido de lavado inicial inyectado en la porción superior de la zona de lavado 19 contiene - hasta un 20% en peso aproximadamente de Cl Al. Es evidente para los expertos en la materia que puede necesitarse la adición de agua fresca al efluente de lavado, a la corriente de reciclo o a la zona de hidrólisis para mantener la deseada concentración de Cl Al en la solución acuosa concentrada del mismo.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.

375955

27

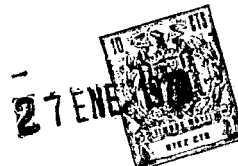


mo, especialmente cuando se emplee una solución acuosa diluida de $Cl Al$ como líquido de lavado.

5. Frácticando la invención con el método considerado, la concentración de la solución de cloruro aluminico generada puede mantenerse dentro del órden del 25 al 35 % en peso aproximadamente de $Cl Al$, controlando la cantidad de líquido de lavado usada para extraer a contracorriente el lodo de catalizador de cloruro aluminico suspendido y el ClH acuoso de la fase alquilato 14 en la zona de lavado 19.

15. La porción de solución acuosa de cloruro aluminico que no se emplea como corriente de reciclo se considera la corriente producto en cuanto a la recuperación del cloruro aluminico del catalizador consumido. La solución acuosa de cloruro aluminico resultante del tratamiento anteriormente descrito con detalle contiene impurezas que han de separarse antes de que la solución de cloruro aluminico pueda clasificarse como solución de cloruro aluminico de grado técnico comerciable. La purificación de la solución de cloruro aluminico puede efectuarse por cualquier método. Sin embargo, preferimos usar el método descrito en la solicitud de Patente de esta misma fecha, a nombre de la firma solicitante, sobre: "Método de recuperación de $Cl Al$ a partir de lodo de catalizador de alquilación de $Cl Al$ consumido", en la que se reivindica Prioridad de la Solicitud de Patente en U.S.A. número 805.876, de fecha 10 de Marzo de 1969.
- 20.
- 25.
- 30.

375955



5. Para ilustrar adicionalmente la mejor manera considerada para poner en práctica la invención, se exponen los siguientes ejemplos prácticos. Como se indica, estos ejemplos se ofrecen principalmente a título ilustrativo y en consecuencia cualquier enumeración de detalle expuesta en los mismos no deberán interpretarse como limitación de la invención, salvo cuando tales limitaciones se expresen en las adjuntas reivindicaciones.

Ejemplo I

10. Se efectuó una serie de experimentos para determinar las condiciones óptimas para la separación de lodo de catalizador de alquilación hidrolizado en una fase orgánica y una fase acuosa. En cada experimento, el lodo de catalizador se separó de una mezcla de producto de reacción de alquilatos detergentes crudos obtenida mediante la alquilación, catalizada con cloruro
15. aluminico, de benceno con parafinas normales C₁₁ a C₁₂ -- parcialmente cloradas (cloradas aproximadamente en un -- 20%), según la patente estadounidense nº 3.316.294 (1967).
20. El lodo separado se hidrolizó luego a una temperatura del orden de 60 a 76,6°C. El lodo se hidrolizó con 1 a 2 volúmenes de agua por volumen de lodo. El lodo hidrolizado se pasó luego a una zona de asentamiento, que se mantenía a una temperatura de unos 73,8°C. Se mantuvo en dicha
25. zona de asentamiento durante un periodo de una hora aproximadamente, en cuyo tiempo aquel lodo formó una fase acuosa que contenía Cl Al y una fase orgánica. La proporción de Cl Al presente en la fase acuosa era del 25 al 30% en peso aproximadamente. Luego se dividió la fase acuosa -
30. en una corriente de recicló y una corriente de producto.

TABLA I

Experi- mento E n ^o	Relación (volumen)		Separación de fases en el lodo hidrolizado	Observaciones
	Reciclo: lodo	Agua: lodo		
1	0:1	1:1	Deficiente	Formación de emulsión
2	1:1	1:1	Deficiente	Produjo una emulsión espesa que no se disoció en 5 días
3	3:1	2:1	Buena	Produjo una solución aceptablemente clara en 1 hora aproximadamente y una solución clara en 24 horas
4	6:1	1:1	Buena	Solución clara y buena separación de fases en 1 hora
5	12:1	1:1	Buena	Solución clara y buena separación de fases en 30 minutos.

375955

27 ENE. 1955



375955

27 ENE 1970



- Las condiciones empleadas en las anteriores pruebas produjeron una fase acuosa de una solución acuosa de cloruro aluminico que contenía del 25 al 30% en peso aproximadamente de solución de Cl Al (mediante análisis de Al).
5. Puede obtenerse una concentración superior de solución de Cl Al, aproximada al 30-35% de Cl Al, usando una solución diluida (15%) de Cl Al en lugar de agua fresca o añadiendo menos de esta última. Cuando se emplea la solución diluida de Cl Al, se obtiene todavía una buena separación de fases del lodo hidrolizado. Sin embargo, ha de ponerse cuidado en evitar que el Cl Al salga de su solución cuando la concentración de aquél es superior al 30% en peso. Sin embargo cuando se produce una solución de Cl Al que contiene nuestra proporción preferida, concretamente del 25 al 30% de Cl Al, no se incurre en ningún problema de precipitación de Cl Al. Además, el uso de agua fresca es preferible al empleo de solución diluida de Cl Al, porque permite un más fácil control de la concentración de Cl Al en la solución.
10. En la producción de una solución concentrada de Cl Al que contenga aproximadamente del 25 al 35% en peso de aquél, se utiliza preferiblemente una relación entre agua y lodo de 1:1 aproximadamente en la zona de hidrólisis. Los anteriores datos indican que cuando se usa sólo tal relación entre agua y lodo, se forma una emulsión.
15. Sin embargo, empleando una corriente de recicló que contenga Cl Al, puede evitarse fácilmente la formación de la emulsión.

Ejemplo II

30. Se efectuó una serie de experimentos para demostrar la operación de separación de lodo de catalizador suspendido y de ClH gaseoso disuelto de la corriente de

375955²7 ENE. 1970



- productos alquilato de acuerdo con la presente invención. Se asentó una mezcla producto de reacción de alquilato - crudo obtenida mediante la alquilación, catalizada con cloro aluminio, de benceno con parafinas normales C₁₂ a C₁₄ parcialmente cloradas (cloración del 20% aproximadamente) según la patente estadounidense nº 3.316.294 (1967), para separar una porción mayor del lodo de Cl Al procedente de la reacción de alquilación. El alquilato crudo separado se bombeó ascendentemente a través de una columna rellena que contenía aproximadamente un 15% de solución acuosa de Cl Al, a un ritmo de 180 a 200 ml por minuto.
- Se emplearon dos tamaños de columnas rellenas en los experimentos. La columna nº 1 tenía 3,8 cm de diámetro y una capa de anillos de Raschig de 0,63 cm, cuya capa media 11,43 cm de altura, con un tubo de rebosamiento a 3,8 cm por encima de la citada capa. La columna nº 2 tenía 8,88 cm de diámetro y presentaba una capa de anillos de Raschig de 0,63 cm, con una altura de 21,6 cm y con un tubo de reboseamiento situado aproximadamente a 7,61 cm por encima de la citada capa. Las columnas fueron rellenas con una solución acuosa al 15% de Cl Al, de manera que esta solución cubriese las anillas Raschig. El alquilato crudo efluente, es decir, el alquilato lavado, se recogió del rebosamiento y se analizó para determinar el porcentaje de Cl Al y la acidez total, al objeto de determinar la eficacia de la operación de lavado, mostrándose en la tabla II tales resultados.

30.



375055

TABLA II

	Temperatura de lavado, °C	Acidez total	% Cl. Al 3
Alquilato crudo antes del tratamiento	23,8 - 26,6	0,03 Miliequiva lentes/g.	0,08
Alquilato crudo después del tratamiento			
Columna I	23,8 - 26,6	0,011 Miliequiva lentes/g.	0,04
Columna II	23,8 - 26,6	0,008 Miliequiva lentes/g.	0,03



Los anteriores datos ilustran claramente la efectiva separación del lodo suspendido y del ClH gaseoso del alquilato crudo mediante la operación de lavado de la presente invención.

5. La solución acuosa de Cl Al empleada en la operación de lavado anteriormente descrita puede usarse - luego, en combinación con la corriente de reciclo, para hidrolizar el lodo de catalizador separado. La relación entre las dos corrientes, es decir, el efluente de lavado y la corriente de reciclo, estará regida por el contenido en Cl Al del lodo hidrolizado y la deseada concentración de Cl Al en el licor del mismo recuperado.

10. La exposición y descripción anteriores se han ofrecido en relación con preferidas versiones específicas, en las que se han citado los preferidos niveles de temperatura en relación con las diversas operaciones empleadas en la recuperación de una solución acuosa concentrada de Cl Al de lodo de catalizador de alquilación de cloruro aluminico consumido. Sin embargo, se entenderá que los niveles de temperatura indicados y la exposición y descripción tienen la finalidad de ilustrar y enseñar a los expertos en la materia como practicar la invención, lo cual no deberá suponer una indebida limitación del ámbito de la invención, que ha de hallarse en las reivindicaciones seguidamente expuestas.

N O T A

30. La Patente de Invención que se solicita por veinte años para España, de acuerdo con la vigente Legislación, deberá recaer sobre: "METODO DE RECUPERACION DE UNA SOLUCION ACUOSA CONCENTRADA DE Cl Al DE LODO DE

375955

27ENE



5. CATALIZADOR DE ALQUILACION DE Cl_3Al CONSUMIDO", con Prioridad de la Solicitud de Patente en U.S.A. Serial número 805.684, de fecha 10 de Marzo de 1969, a favor de los inventores que han cedido sus derechos a favor de la firma solicitante, según las características esenciales de las siguientes:

REIVINDICACIONES

10. 1ª.- Método de recuperación de una solución acuosa concentrada de Cl_3Al de lodo de catalizador de alquilación de Cl_3Al consumido, en combinación con la recuperación de un alquilato purificado, cuyo método comprende:
15. (a) el paso de efluente que contiene alquilato y lodo desde una zona de alquilación a una primera zona de asentamiento, permitiendo así que dicho efluente forme una fase de lodo inferior y una fase alquilato superior;
20. (b) la retirada de dicha fase de lodo y su paso a una zona de hidrólisis en la que aquél es hidrolizado;
- (c) la retirada de este lodo hidrolizado y su paso a una segunda zona de asentamiento, permitiendo así que el lodo hidrolizado forme una fase acuosa concentrada de Cl_3Al que contiene del 25 al 35% en peso aproximadamente de Cl_3Al y una fase orgánica;
25. (d) la separación de dicha fase acuosa concentrada de Cl_3Al de la mencionada fase orgánica;
- (e) la división de esta fase acuosa concentrada de Cl_3Al separada en una corriente de reciclo y una corriente de producto;
30. (f) el paso de dicha corriente de reciclo a través de una zona de enfriamiento;

375955

27 EN



5. (g) la devolución de la corriente de recicló enfriada a la mencionada zona de hidrólisis a un ritmo eficaz para mantener una relación volumétrica entre corriente de recicló y lodo en dicha zona de hidrólisis de 2:1 a 15:1 aproximadamente y a una temperatura eficaz para mantener la de la zona de hidrólisis dentro del orden de 60 a 71,1°C aproximadamente.

10. (h) el paso del alquilato de la operación (a) a través de una zona de lavado que contiene un líquido lavador para separar sustancialmente todo el ClH gaseoso y el lodo de Cl Al suspendido restantes de dicho alquilato y recuperar de la mencionada zona de lavado un alquilato purificado, e

15. (i) el paso de dicho líquido de lavado a la citada zona de hidrólisis para cooperar con la mencionada corriente de recicló hidrolizando al referido lodo y facilitar la separación de fases del lodo hidrolizado en la segunda zona de asentamiento citada.

20. 2ª.- Método de recuperación de una solución acuosa concentrada de Cl Al de lodo de catalizador de alquilación de Cl Al consumido, según la reivindicación 1ª, en el que dicho efluente de la primera zona de asentamiento y el referido lodo hidrolizado en la segunda zona de asentamiento se mantienen a una temperatura del orden de 38,8 a 82,2 °C aproximadamente.

25. 3ª.- Método de recuperación de una solución acuosa concentrada de Cl Al de lodo de catalizador de alquilación de Cl Al consumido, según la reivindicación 2ª, en el que el efluente y el lodo hidrolizado citados se mantienen a una temperatura del orden de

30.

375955



60 a 76,6°C aproximadamente, durante un tiempo de permanencia de unos 30 a 60 minutos.

5. 4ª.- Método de recuperación de una solución acuosa concentrada de Cl Al de lodo de catalizador de alquilación de Cl Al consumido, según la reivindicación 3ª, en el que dicho líquido de lavado se selecciona entre el grupo consistente en agua y solución acuosa diluida de Cl Al que contiene hasta un 20% en peso aproximadamente de Cl Al, y la operación de lavado se efectúa a una temperatura del orden de 21,1 a 65,5°C aproximadamente.
- 10.

15. 5ª.- Método de recuperación de una solución acuosa concentrada de Cl Al de lodo de catalizador de alquilación de Cl Al consumido, según la reivindicación 4ª, en el que dicha corriente de reciclado acuosa concentrada de Cl Al contiene aproximadamente del 25 al 27% en peso de Cl Al.

20. 6ª.- Método de recuperación de una solución acuosa concentrada de Cl Al de lodo de catalizador de alquilación de Cl Al consumido según la reivindicación 5ª, en el que dicho alquilato se pasa a contracorriente a través de la citada zona de lavado y el referido método de recuperación de la solución acuosa concentrada de Cl Al es un proceso continuo.

25. 7ª.- Método de recuperación de una solución acuosa concentrada de Cl Al de lodo de catalizador de alquilación de Cl Al consumido, según la reivindicación 6ª, en el que dicha corriente de reciclado enfriada se devuelve a la citada zona de hidrólisis a un ritmo eficaz para mantener una relación volumétrica entre corriente
- 30.

375955



de reciclo y lodo de 6:1 aproximadamente.

5. 8ª.- Método de recuperación de una solución acuosa concentrada de Cl Al de lodo de catalizador de alquilación de Cl Al consumido, según la reivindicación 7ª, en el que el citado lodo se hidroliza con una relación volumétrica entre agua y lodo de 1:1 aproximadamente.

10. 9ª.- "METODO DE RECUPERACION DE UNA SOLUCION ACUOSA CONCENTRADA DE Cl Al DE LODO DE CATALIZADOR DE ALQUILACION DE Cl Al CONSUMIDO".

Según queda sustancialmente descrito en la presente Memoria, que consta de veinticuatro hojas, escritas a máquina por una sola cara y acompañada de dibujos.

Madrid, a 27 de Enero de 1970.

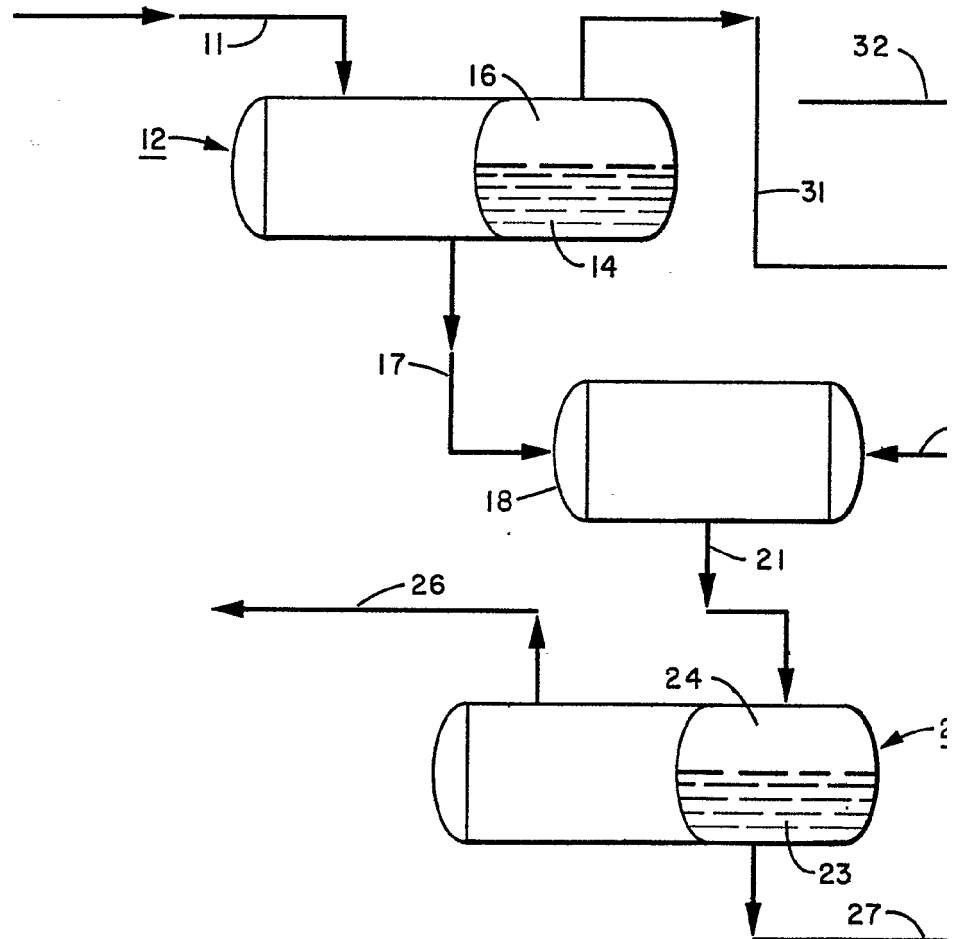
CONTINENTAL OIL COMPANY.

P.P.

FRANCISCO GARCIA CABRERO
P.P.

Firmado: M.ª Dolores Jorquera

375955



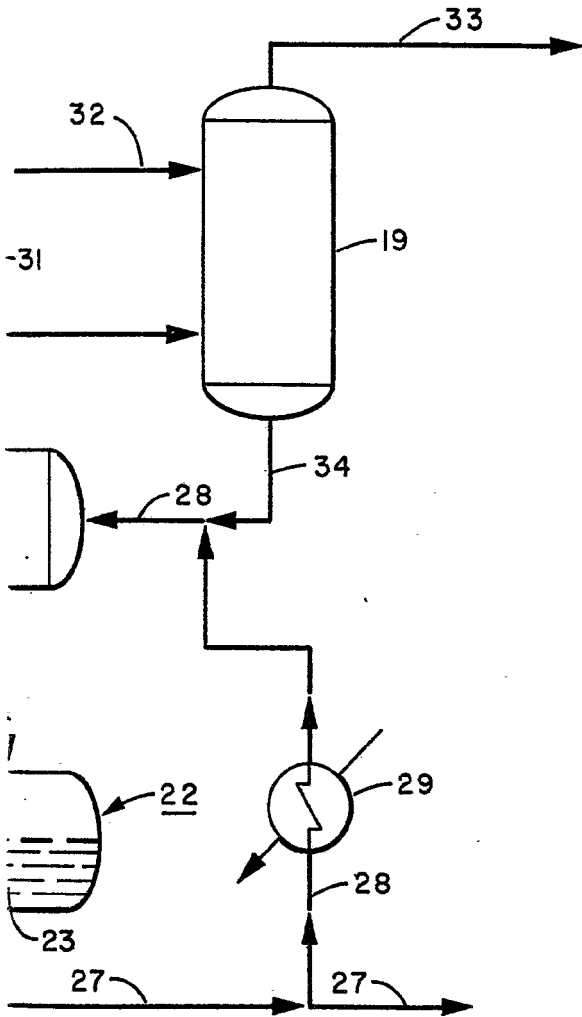
Escala variable

375955

27 ENL. 1970



27 ENL. 1970



Madrid, 27 ENL. 1970
CONTINENTAL OIL COMPANY
P. R.

FRANCISCO GARCÍA CABREIZO
P. R.

Firmado: M. Jorquera