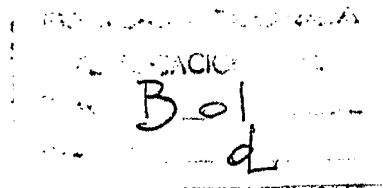




379306

Memoria descriptiva



para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

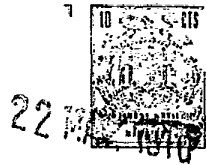
a nombre de SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ N.V.

entidad / ~~internacionalidad~~ Holandesa

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

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA DISOLUCION QUE COMPRENDE COMPONENTES QUE HIERVEN A MENOS TEMPERATURA QUE EL DISOLVENTE"

(Clase Internacional B01d)



Esta invención se refiere a la separación de los componentes de una disolución que comprende componentes que hierven a temperatura inferior que el disolvente presente en la disolución, siendo uno o más de estos componentes más fácilmente soluble en el disolvente, y uno o más de los demás componentes menos fácilmente soluble en el disolvente, por destilación extractiva en la que se obtiene una disolución secundaria que comprende componentes más fácilmente solubles, seguida de la destilación de la disolución secundaria, con posibilidad de hacerlo con ayuda de un agente de arrastre o rectificación, destilación en la que se recuperan componentes más fácilmente solubles a partir de la disolución secundaria.

En varios procedimientos industriales se obtienen con frecuencia disoluciones que comprenden componentes que hierven a temperatura inferior al disolvente. Se obtienen disoluciones de este tipo, por ejemplo, en una reacción que es efectuada en un disolvente de los reaccionantes, y en la separación de una mezcla de componentes por medio de un disolvente selectivo para uno o más de los componentes, tal como en la extracción líquido-líquido o en la destilación extractiva. Son ejemplos las disoluciones que contienen hidrocarburos aromáticos y no aromáticos, disoluciones de alquenos y alcanos, y disoluciones de alcoholes y ésteres.

Para la separación de los componentes disueltos en disoluciones de este tipo se conocen varios procedimientos. Una destilación simple es adecuada para la separación de los componentes del disolvente que hierve a temperatura superior que estos componentes, pero por regla general esto

no basta si se desean recuperar simultáneamente los distintos tipos de componentes (es decir, los más y menos fácilmente solubles, respectivamente) con un grado razonable de pureza. Por el contrario, un método adecuado para esta separación es la destilación extractiva. En este caso los componentes, al menos parcialmente en la fase de vapor, son puestos en contacto con disolvente líquido, y como resultado los componentes más fácilmente solubles se separan, al menos en parte, de los menos fácilmente solubles, siendo extraídos los componentes menos fácilmente solubles en forma de vapor, y obteniéndose además una disolución de los componentes más fácilmente solubles en el disolvente (disolución que se denominará "disolución secundaria"). El disolvente pobre es suministrado en fase líquida, bien conjuntamente con la disolución que ha de dividirse en sus componentes, o separadamente. La disolución secundaria es después separada en sus componentes por destilación y/o rectificación en componente más solubles, posiblemente en conjunción con cualquier agente de arrastre o rectificación empleado, y disolvente, que puede utilizarse de nuevo, al menos en parte, para la destilación extractiva.

Se ha comprobado ahora que este procedimiento en el que la separación de la disolución en sus componentes es efectuada por medio de una destilación extractiva y subsiguientes destilación o rectificación de la disolución secundaria puede ser perfeccionado tanto técnica como económicamente.

Por tanto, la invención se refiere a un procedimiento para la separación de una disolución en sus com-



ponentes, que comprende componentes que hierven por debajo del disolvente presente en la disolución, siendo uno o más de estos componentes más fácilmente solubles, y uno o más de los demás componentes menos fácilmente solubles en el disolvente, por destilación extractiva en la que se obtiene una disolución secundaria que comprende componentes más fácilmente solubles, seguida de destilación de la disolución secundaria, posiblemente con ayuda de un agente de separación o rectificación, destilación en la que se recuperan componentes más fácilmente solubles de la disolución secundaria, y en el que en la destilación de la disolución secundaria se recupera una corriente que contiene disolvente y parte de los componentes más fácilmente solubles que han de recuperarse de la disolución secundaria, corriente que al menos en parte es reciclada a la destilación extractiva.

Como al obtener la corriente que contiene disolvente que ha de reciclarse a la destilación extractiva han sido ya extraídos parte de los componentes presentes originalmente en la disolución, la concentración de componentes disueltos en esta corriente es sustancialmente inferior que la de la disolución original que ha de ser separada en sus componentes. Por ello, el reciclar esta corriente a la destilación extractiva tiene el efecto de disminuir la concentración de componentes disueltos en la disolución que ha de ser sometida a separación, lo que se ha comprobado que mejora la selectividad de la separación entre los componentes más y menos fácilmente solubles que puede conseguirse en la destilación extractiva. Por ello, la cantidad de esta corriente que se recicla, con respecto a la cantidad de

379306

22 MAY 1970



disolución que ha de separarse, está determinada por la dilución deseada para obtener una selectividad satisfactoria, y por tanto es distinta en cada caso particular. En general, una cantidad de 25% en peso, calculada con respecto a la cantidad de disolución que ha de separarse en sus componentes, puede ser ya suficiente para obtener la selectividad deseada en la destilación extractiva.

Para conseguir un funcionamiento adecuado en la operación de la destilación extractiva, es deseable que la proporción entre la concentración de los componentes más fácilmente solubles en la corriente reciclada a la destilación extractiva y la concentración de los componentes más fácilmente solubles en la disolución secundaria descargada de la parte inferior de la columna de destilación extractiva no exceda de 0,5, ya que el reciclar una corriente con una concentración aún más alta de estos componentes podría aumentar la concentración global de la misma en la destilación extractiva hasta un grado inaceptable. Por otro lado, esta concentración no ha de ser demasiado baja, ya que en ese caso las ventajas de la invención podrían conseguirse sólo en grado más bien pequeño. Así pues, la proporción citada tiene un valor de 0,05 a 0,15.

Naturalmente, esta dilución de la disolución que ha de ser dividida en sus componentes también podría haberse obtenido mezclándola con disolvente pobre (bien fresco, o reciclado de la destilación en la que los componentes disueltos son extraídos del mismo). Sin embargo, además de que naturalmente es menos caro, una dilución por una corriente constituida por disolvente que no está completamente purificado tiene una ventaja más, ya que esta corrien-

379306



te, al ser descargada de la destilación del disolvente, reduce la cantidad de componentes más fácilmente solubles que ha de extraerse por medio de esta destilación. Por ello, el procedimiento según la invención lleva consigo una disminución en la cantidad de calor que ha de suministrarse a la operación de destilación, sin que haya peligro de contaminación del disolvente pobre obtenido, por ejemplo con componentes de punto de ebullición relativamente alto.

Cualquier columna de destilación a emplear en el procedimiento según la invención está provista, en el caso más preferible de platos distribuidores o de válvula, tal como los descritos en la Memoria descriptiva de la Patente Británica Nº 910.798, o con platos o bandejas que tienen una o más zonas con descarga preferente, tales como las conocidas por la Memoria descriptiva de la Patente Británica Nº 764.650.

El procedimiento según la invención es eminentemente adecuado para tratar una disolución de hidrocarburos aromáticos y no aromáticos en un disolvente que hierve a mayor temperatura que estos hidrocarburos, por ejemplo cualquiera de los conocidos disolventes de alto punto de ebullición, tales como los disolventes glicólicos, los del tipo de la piperidona o pirrolidona, y los del tipo sulfolano (tipo de disolvente que se describe en la Memoria descriptiva de la Patente Británica Nº 625.505), que con frecuencia contiene benceno, tolueno y xilenos. Se obtienen disoluciones de este tipo, por ejemplo, por extracción de un reformado catalítico con N-metil pirrolidona o sulfolano, preferiblemente con ayuda de un contactor de disco giratorio tal como se describe en la Memoria descriptiva de

379306

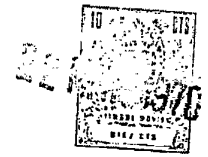
22 MAY 1970

la Patente Británica Nº 659.241. El procedimiento es particularmente adecuado para tratar disoluciones que tienen un alto contenido de compuestos aromáticos, que pueden obtenerse por extracción de las denominadas "gasolinas de pirólisis" parcial o completamente hidrogenadas.

Es muy ventajoso separar disoluciones de hidrocarburos aromáticos en sulfolano en compuestos aromáticos y disolvente por medio del procedimiento según la invención. El procedimiento de la invención es particularmente ventajoso para separar en sus componentes disoluciones que contienen compuestos aromáticos de punto de ebullición relativamente alto, y por consiguiente se dispone de un método por el que los extractos en sulfolano de un reformado catalítico o de fracciones hidrogenadas de gasolina de pirólisis, que contienen hidrocarburos aromáticos de punto de ebullición relativamente alto (como los homólogos del benceno con punto de ebullición superior a los xilenos) pueden ser divididas, de manera sencilla, en compuestos aromáticos y disolvente. El procedimiento es adecuado también para la extracción de queroseno con un punto final de ebullición de hasta aproximadamente 260°C por medio de sulfolano u otros disolventes de alto punto de ebullición.

La invención será ilustrada a continuación haciendo referencia al dibujo. Según la Figura 1 del mismo, la disolución a separar en sus componentes es suministrada, a través de una conducción 1, a una columna 2 de destilación extractiva. Los componentes a menos fácilmente solubles, y posiblemente también algo de los más solubles, son extraídos de la parte superior de la columna a través de una conducción 3; si se desea, una parte de estos com-

379306



ponentes puede ser reciclada como reflujo a la parte superior de la columna 2 después de su condensación (que no se muestra). De la parte inferior de la columna 2 se descarga una disolución secundaria, a través de una conducción 4, disolución que al menos sustancialmente consta de disolvente y componentes más fácilmente solubles; esta mezcla es introducida en la parte media de una columna 5 de destilación. A esta columna se suministra calor por medio de un rehervidor 8 (que produce calor en el fondo). Parte de los componentes más fácilmente solubles que han de recuperarse son extraídos de la parte superior de la columna 5 a través de una conducción 6, extrayéndose disolvente pobre a través de una conducción 7. Una corriente lateral o secundaria, que contiene disolvente y otra parte de estos componentes más fácilmente solubles es introducida, a través de una conducción 9, a la columna 2 de destilación extractiva. Según el dibujo, esto se efectúa en un punto situado por encima de la entrada de la disolución que ha de dividirse en sus componentes, pero, si se desea, la corriente secundaria reciclada puede combinarse con la disolución que ha de separarse en sus componentes; en este caso la conducción 9 descarga en la conducción 1 (no se muestra).

En lugar de llevarse a cabo en dos columnas independientes, la destilación extractiva y la destilación pueden efectuarse también, de manera conocida, en una columna combinada provista de una parte superior de destilación extractiva y una parte inferior de destilación, estando separadas estas partes por un plato de extracción permeable al vapor pero sustancialmente impermeable al líquido, plato o bandeja de la que se extraen los componentes

379300

22 MAY



más fácilmente solubles recuperados.

Según la figura 1, el disolvente, así como los componentes más fácilmente solubles y la corriente que es reciclada a la columna para la destilación extractiva, se obtienen destilando la disolución secundaria en una sola columna. No obstante, también puede ser ventajoso destilar la disolución secundaria en dos operaciones, recuperando en la primera operación una mezcla de disolvente y componentes más fácilmente solubles, mezcla de la que una parte constituye la corriente que es reciclada al menos en parte a la operación de destilación extractiva, y de la que otra parte es dividida en disolvente y componentes más fácilmente solubles en la segunda operación de destilación. Alternativamente, la mezcla de disolvente y componentes más fácilmente solubles, obtenida en la primera operación de destilación, puede suministrarse como un todo a la segunda operación de destilación, y en esta segunda operación puede recuperarse una corriente, que consta de disolvente y componentes más fácilmente solubles, que es reciclada a la destilación extractiva. El procedimiento de destilación en dos operaciones citado en primer lugar, que se prefiere, será ilustrado a continuación por medio del diagrama de la figura 2.

La disolución que ha de separarse en sus componentes es introducida, a través de una conducción 10, en una columna 11 de destilación extractiva. De la parte superior de la columna 11 se extraen componentes menos fácilmente solubles, a través de una conducción 12, y, si se desea, son reciclados en parte como reflujo a la parte superior de la columna 11 después de su condensación (que

379306



no se muestra). De la parte inferior de la columna 11, y a través de una conducción 13, se lleva una disolución secundaria que consta al menos sustancialmente de disolvente y componentes más fácilmente solubles a la columna 14 de destilación. A esta columna se suministra calor por medio de un dispositivo 21 que proporciona calor en el fondo. Se extraen componentes más fácilmente solubles de la parte superior de la columna 14, a través de una conducción 15. El producto de colas de esta columna, que consta de disolvente y componentes más fácilmente solubles, es reciclado en parte a la columna 11 a través de las conducciones 16 y 10. Otra parte se introduce, a través de la conducción 17 en una columna 18 de destilación, en la que se divide en componentes más fácilmente solubles, que se descargan a través de una conducción 19, y disolvente, que es descargado a través de una conducción 20. Se suministra calor por medio del dispositivo 22 que proporciona calor en el fondo.

En el procedimiento ilustrado por la figura 2, puede emplearse una presión relativamente alta en la primera operación de destilación (columna 14), con un ahorro consiguiente de equipo (por ejemplo, el condensador puede elegirse de menor tamaño). La invención permite utilizar esta presión relativamente alta, porque en el procedimiento según la misma la parte inferior de esta columna de destilación no contiene disolvente relativamente puro, sino una disolución que comprende una cantidad relativamente grande de componentes más fácilmente solubles.

La invención es ilustrada además por medio del Ejemplo siguiente.

379306

EJEMPLO

Una disolución de hidrocarburos aromáticos en sulfolano, obtenida por extracción de líquido-líquido de una mezcla inicial, con un intervalo de ebullición ASTM de 50°C a 150°C, de la que aproximadamente la mitad era un reformado catalítico, siendo la otra mitad una gasolina de pirólisis hidrogenada, empleando sulfolano como disolvente selectivo, fué dividida en hidrocarburos aromáticos y sulfolano por el procedimiento ilustrado en la Figura 3, que muestra una realización de la invención similar a la de la Figura 1.

La disolución de extracto en sulfolano, que contenía 30% de hidrocarburos aromáticos, 10% de hidrocarburos no aromáticos, y 60% de sulfolano, fué introducida a través de una conducción 23 en el plato superior de una columna 24 de destilación extractiva (similar a la columna 2 de la figura 1), en cantidad de 375 Tm/h y a una temperatura de 113°C. La columna 24 tenía 12 platos teóricos y se hizo trabajar a una presión absoluta de 2'0 atm. También se introdujo en el plato superior de la columna 24, a través de una conducción 25, una cantidad de 350 Tm/h. de una mezcla que contenía 99% en peso de sulfolano y 1% en peso de hidrocarburos aromáticos, y con una temperatura de 145°C.

Los vapores de cabezas de la columna 24, es decir 62 Tm/h. de una mezcla que constaba de 40% en peso de hidrocarburos aromáticos y 60% en peso de hidrocarburos no aromáticos, fueron extraídos a través de una conducción 26 (después de su condensación esta corriente podía introducirse, por ejemplo, en la operación de extracción



líquido-líquido en la que la mezcla inicial fué sometida a extracción con sulfolano). Por medio de un dispositivo 33 que suministra calor en el fondo, se suministró calor al primer plato teórico de la columna 24.

5 El producto de cola de la columna 24, que constaba de 86% en peso de sulfolano y 14% en peso de hidrocarburos aromáticos, fué suministrado, en cantidad de 663 Tm/h y a una temperatura de 169°C, y a través de una conducción 27, al plato teórico 12º de una columna 28 de destilación (similar a la columna 5 de la figura 1), que comprendía un total de 15 platos teóricos, columna que se hizo trabajar a una presión absoluta de 0,46 atm. Se suministró calor al plato teórico 11º por medio de un intercambiador 34, con el resultado de que la temperatura de este plato subió de 145°C a 169°C, y se evaporó una cantidad de 2,7% en peso. La corriente antes citada de 350 Tm/h, que tenía una temperatura de 170°C, fué extraída en la fase líquida del 5º plato teórico, a través de la conducción 25. Esta corriente cedió calor a un evaporador 35, para 10 la evaporación de 6Tm/h de agua a vapor, que se utilizó como agente de separación o arrastre en la columna 28, y que fué suministrado a la misma a través de una conducción 29. De la columna 28 fué extraída, a través de una conducción 30, una cantidad de 225 Tm/h. de producto de cola, 15 que contenía 99,97% en peso de sulfolano y 0,03% en peso de hidrocarburos aromáticos (esta corriente podía emplearse como agente de extracción en la operación de extracción de líquido-líquido en la que la mezcla inicial fué sometida a extracción con sulfolano). Los vapores de cabeza, que 20 constaban de 4,5% en peso de vapor de agua y 95,5% en peso 25 30

379306

22 MAY. 1970



de hidrocarburos aromáticos, se desprendieron de la columna a través de la conducción 31, en cantidad de 132 Tm/h.; se recicló el 30% de estos hidrocarburos como reflujo, después de la condensación y separación de agua, al plato teórico 15º de la columna 28, a través de una conducción 32.

Esta solicitud que corresponde a la presentada en Holanda el 7 de Mayo de 1.969, bajo el número 6906949 se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10

- REIVINDICACIONES -

15

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:

20

1.- Un procedimiento para la separación de los componentes de una disolución que comprende componentes que hierven a menos temperatura que el disolvente presente en la disolución, siendo uno o más de estos componentes más fácilmente solubles y siendo uno o más de los demás componentes menos fácilmente solubles en el disolvente, por destilación extractiva en la que se obtiene una disolución secundaria que comprende componentes más fácilmente solubles, seguida de una destilación de la disolución secundaria, posiblemente con ayuda de un agente de separación o

25

30

18-5-70

- 13 -

379.306



arraste, destilación en la que se recuperan componentes más fácilmente solubles de la disolución secundaria, caracterizado porque

5 en la destilación de la disolución secundaria se recupera una corriente que contiene disolvente y parte de los componentes más fácilmente solubles que han de recuperarse de la disolución secundaria, corriente que al menos en parte es reciclada a la destilación extractiva.

10 2.- Un procedimiento según se reivindica en la reivindicación 1, caracterizado porque dicha corriente, o parte de la misma, es reciclada a la destilación extractiva en una proporción de al menos 25% en peso, calculada con respecto a la cantidad de disolución sometida a la destilación extractiva.

15 3.- Un procedimiento según se reivindica en las reivindicaciones 1 ó 2, caracterizado porque la proporción entre la concentración de componentes más fácilmente solubles en la corriente que es reciclada a la destilación extractiva, y la concentración de los componentes más fácilmente solubles en la disolución secundaria, no sobrepasa el valor de 0'5.

20 4.- Un procedimiento según se reivindica en las reivindicaciones 1, 2 ó 3, caracterizado porque esta proporción de concentraciones tiene un valor de 0'05 a 0'15.

25 5.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de las reivindicaciones 1-4, caracterizado porque la disolución secundaria es destilada en dos operaciones, recuperándose en la primera una mezcla de disolvente y componentes más fácilmente solubles, siendo reciclada una parte de dicha mezcla como la corriente citada a la desti-

30
18-5-70

lación extractiva de la disolución original, y otra parte de dicha mezcla es dividida en disolvente y componentes más fácilmente solubles en la segunda operación.

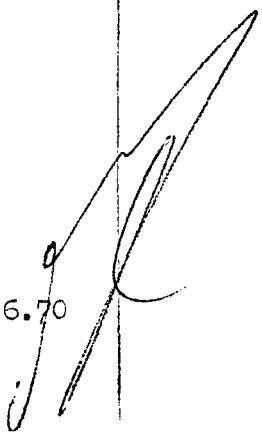
5 6.- Un procedimiento según se reivindica en cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la disolución que ha de separarse en sus componentes ha sido obtenida por extracción de una mezcla que contiene hidrocarburos aromáticos con un disolvente que hierve a temperatura más alta que la mezcla de hidrocarburos.

10 7.- Un procedimiento según se reivindica en la reivindicación 6, caracterizado porque la mezcla de hidrocarburos citada comprende una fracción obtenida en el reformado catalítico de un material hidrocarbonado.

15 8.- Un procedimiento según se reivindica en las reivindicaciones 6 ó 7, caracterizado porque dicha mezcla de hidrocarburos comprende una fracción obtenida por hidrogenación de una gasolina de pirólisis.

20 9.- Un procedimiento según se reivindica en las reivindicaciones 6, 7 u 8, caracterizado porque el disolvente es del tipo del sulfolano.

10.- UN PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE LOS COMPONENTES DE UNA DISOLUCION QUE COMPRENDE COMPONENTES QUE HIERVEN A MENOS TEMPERATURA QUE EL DISOLVENTE.

17.6.70 

379306



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

Esta memoria consta de dieciseis hojas escritas a máquina por una sola cara.

5

Madrid, 14 JUL. 1970

P.A.

Alberto de Alencastre
Por Pedem *[Handwritten Signature]*

SAP%

17.6.70

379306

379306

22 MAY 1961

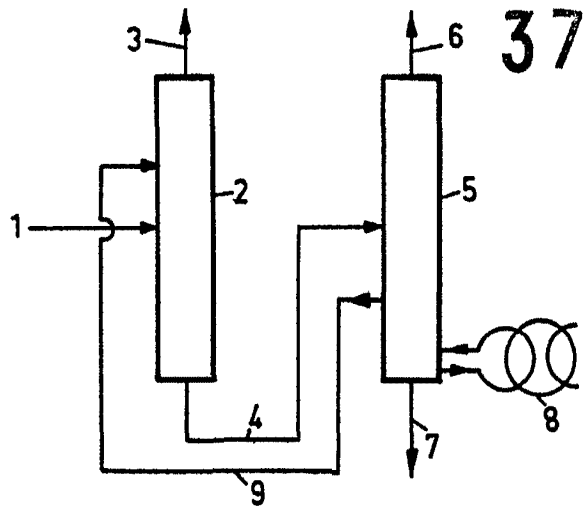


FIG. 1

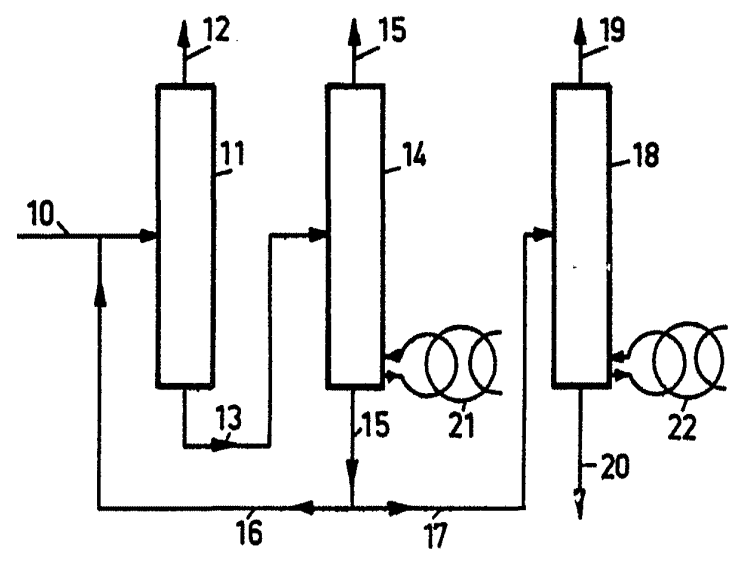


FIG. 2

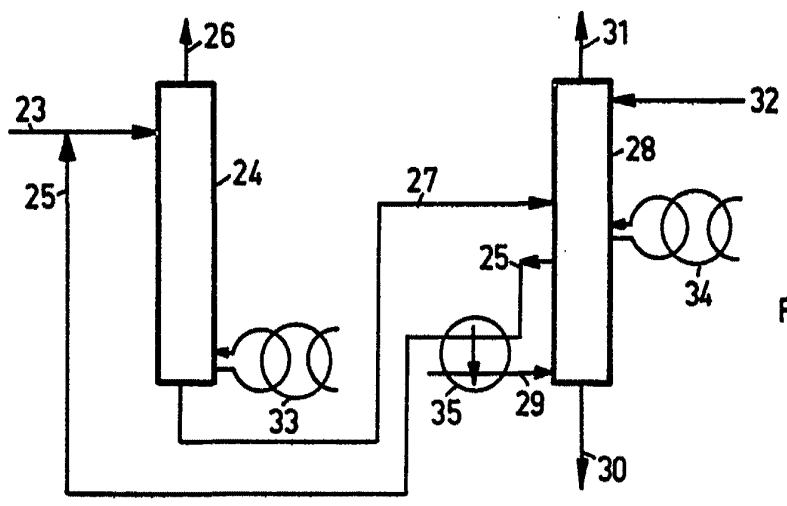


FIG. 3

Alberto de El...
Por Podar
[Signature]