

Orden nº 9293

CLASIFICACION	
CLASIFICACION	2007
SUBCLASE	C



381945¹⁷

Memoria Descriptiva

sobre:

Procedimiento para la extracción de hidrocarburos aromáticos.

Solicitante: SNAM PROGETTI S.p.A.,
entidad italiana, residente en
Corso Venezia, 16, Milán, Italia.

El presente invento se refiere a un procedimiento para la extracción de hidrocarburos aromáticos de una mezcla de hidrocarburos.

De una forma más particular el procedimiento según el presente invento se refiere a un

5.

381945



-2-

procedimiento perfeccionado para la extracción de hidrocarburos aromáticos empleando una clase bien definida de disolvente elegido entre ceto y aldo-morfolin_{as}.

5. Actualmente ya se conocen diversos procedimientos para la extracción de hidrocarburos aromáticos del petróleo y mezclas petroquímicas.

Dichos procedimientos emplean disolventes que disuelven de una forma selectiva hidrocarburos aromáticos.

10.

En general los procedimientos de extracción por disolvente de hidrocarburos aromáticos comprenden cuatro etapas principales (véase la figura 1).

15.

1) La primera etapa consiste en poner en contacto la mezcla de alimentación con el disolvente, generalmente en un sistema de contacto en contracorriente. Los dos chorros obtenidos son un refinado con un contenido muy bajo de hidrocarburos aromáticos y un extracto que contiene prácticamente todos los hidrocarburos aromáticos presentes en la mezcla de alimentación.

20.

2) La segunda etapa, de nuevo una extracción líquido-líquido, consiste en poner en contacto en una relación de contracorriente el extracto de la primera etapa con los productos que salen por la cabeza de la tercera etapa.

25.

Este contacto se realiza con la finalidad de separar los hidrocarburos no aromáticos más pesados presentes en el extracto de la primera etapa procedentes de la mezcla de alimentación.

30.

Los dos chorros que salen de la segunda eta-



pa son un chorro ligero, enviado a la primera etapa, y un producto de cola enviado a la tercera etapa.

Particularmente este producto de fondo está constituido por disolvente, hidrocarburos aromáticos e hidrocarburos saturados también.

5.

Dichos hidrocarburos saturados no son los mismos presentes en el extracto de la primera etapa tanto en composición como generalmente en cantidad.

10.

Por esta razón, generalmente se elige un disolvente que presente una buena selectividad entre hidrocarburos aromáticos y no aromáticos y, al mismo tiempo una buena selectividad para hidrocarburos homólogos de temperaturas inferiores de ebullición que tengan un número diferente de átomos de carbono.

15.

3) La tercera etapa consiste en una destilación por extracción para el extracto procedente de la segunda etapa.

20.

Dicha destilación da un producto de cabeza consistente en hidrocarburos saturados, presentes en el extracto de la segunda etapa, y parte de los hidrocarburos aromáticos más ligeros.

25.

Este chorro de cabeza se refluje a la segunda etapa, mientras que el producto de cola de la destilación por extracción consiste en disolvente y en aromáticos estos últimos con la pureza deseada.

4) La cuarta etapa consiste en una destilación del producto de cola procedente de la tercera etapa. En esta etapa se obtienen aromáticos como producto de cabeza y disolvente como producto de cola.

30.

La primera y segunda etapa se pueden llevar a



cabo en un solo aparato.

La tercera y cuarta etapa se realizan por el contrario preferiblemente en aparatos diferentes.

Asimismo, cuando los hidrocarburos aromáticos en el producto que sale por la cabeza de la tercera etapa tienen ya la pureza conveniente, el uso de dos aparatos diferentes para la tercera y cuarta etapa permiten alcanzar más fácilmente la pureza deseada y emplear calor a un nivel térmico menor.

5.

10.

En la conexión de estas cuatro etapas, arriba citadas, se pueden efectuar diversas variaciones que permiten, según las condiciones diferentes, con la misma recuperación de aromáticos, ahorros importantes de energía y mejoras en la pureza de los aromáticos extraídos.

15.

Se sabe, por ejemplo, que se introduce en el reflujo a la segunda etapa hidrocarburos saturados ligeros con el resultado de separar los hidrocarburos saturados pesados del extracto enviado a la segunda etapa. Como estos hidrocarburos saturados ligeros tienen puntos de ebullición diferentes a los de los aromáticos que se han de recuperar, su separación resulta más fácil en las etapas ulteriores.

20.

También se sabe que se introduce agua en el reflujo a la segunda etapa. Esta agua se disuelve en el disolvente y aumenta la selectividad del disolvente mejorando la separación del extracto de los hidrocarburos que tienen polaridad inferior, v.g. aumentando la pureza de los aromáticos contenidos en dicho extracto.

25.

Este invento tiene por objeto proporcionar un ciclo

30.



mejorado de extracción que permite la obtención de hidrocarburo aromático con un grado elevado de recuperación y pureza, con un consumo térmico reducido.

5. Según el presente invento el producto de cabeza de la tercera etapa, que se ha de enviar a la segunda etapa, se rectifica en ausencia de disolvente (véase la figura 2).

10. De este modo se obtienen de la cola de la etapa rectificadora los productos más pesados que contienen hidrocarburos saturados con temperaturas de ebullición e hidrocarburos no aromáticos que tienen una polaridad muy elevada como algunos de los hidrocarburos en la clase de los naftenos, naftenos bi- y policíclicos, olefinas, cicloolefinas, y compuestos derivados. Como
15. producto de cabeza se obtienen hidrocarburos saturados y aromáticos ligeros que se envían a la segunda etapa, mientras que se puede desaguar la cola o enviarse a puntos apropiados del ciclo de extracción, para evitar su acumulación en el mismo. Dicho chorro, v.g. la cola,
20. se puede introducir en la primera etapa entre la entrada de alimentación y la entrada de disolvente. Dicha separación es también posible en los casos más fáciles, por condensación en dos niveles térmicos diferentes, con reflujo a la segunda etapa del condensado procedente del nivel térmico inferior.
- 25.

30. El producto de cabeza de las etapas tercera y cuarta contiene una gran cantidad de agua. El agua contenida en el producto de cabeza de la tercera etapa se envía, tal cual a la segunda etapa, según técnicas conocidas.

381945



-6-

17 JUL 1970

Es peculiar del procedimiento según el presente invento hacer uso del agua separada del producto de cabeza de la cuarta etapa. Este agua no contiene disolvente alguno.

- b. Según el procedimiento del presente invento, dicha agua se divide en cuatro chorros variables dependiendo de las condiciones de trabajo y se utiliza como sigue (véase la figura 3), un chorro se refluye a la parte superior o cabeza del separador, v.g. cuarta etapa, con la ventaja de lavar los vapores ascendentes y evitar la presencia de disolvente en el producto de cabeza. Un segundo chorro se recicla a la segunda etapa, mientras un tercer chorro se utiliza para lavar el refinado y entonces se mezcla con el chorro precedente.
10. El agua restante se evapora por intercambio térmico indirecto con el disolvente empobrecido procedente de la cola de la cuarta etapa y se introduce en el fondo del separador, v.g. la cuarta etapa.
15. Dicha operación, llevada a cabo en presencia de agua que no contiene disolvente alguno, permite reducir el nivel térmico y por lo tanto mejorar el rendimiento de recuperación de calor. Según el procedimiento descrito, los derivados aldehídicos y cetónicos de morfina y, en particular, la N-formilmorfina con un contenido en agua que alcanza hasta un 30% en peso, son particularmente eficaces aún cuando con el procedimiento descrito se puede emplear cualquier otro disolvente que presente una buena selectividad y capacidad de transporte para los aromáticos. La temperatura en las operaciones de extracción de la primera y segunda
- 20.
- 25.
- 30.



etapas oscila entre 0°C y 90°C., mientras que en las operaciones de destilación de la tercera y cuarta etapas oscila entre 50°C. y 200°C.

- El comportamiento de la N-formilmorfolina mezclada con agua a la temperatura mencionada, con respecto a su estabilidad térmica y carencia de corrosión del acero al carbono, ha sido sorprendentemente bueno cuando se han adoptado medidas particulares de precaución.
- 5.
10. Dichas medidas precautorias consisten principalmente en una eliminación precisa del oxígeno y en el empleo de inhibidores apropiados.
15. Cuando la carga de alimentación tiene un contenido muy elevado de aromático es preferible obtener en la cabeza de la tercera etapa, según el procedimiento del invento, aromáticos con el valor deseado de pureza y reciclarlos como reflujo a la segunda etapa.
20. También en este caso es peculiar del invento efectuar la tercera y cuarta etapas en dos aparatos diferentes. En los otros casos la consecución de dichas condiciones sería demasiado honerosa y, por lo tanto el reflujo consiste en hidrocarburos aromáticos y saturados.
25. En dichas condiciones existe la posibilidad de acumulación de los no aromáticos que presenta una polaridad anómala, ya mencionada siendo necesaria la operación arriba mencionada de rectificación cuando se presenta esta condición.
30. Conviene observar que dicha operación ha demostrado ser conveniente también cuando no se produce una acumulación de productos no deseados; la separación

3819457



-8-

citada permite en cualquier caso la obtención desde la tercera etapa de un extracto que contiene aromáticos de mayor pureza.

- Según el ciclo fundamental de la extracción por disolvente, cuando una fracción saturada ligera se añade al producto de cabeza de la tercera etapa para reciclarse a la segunda etapa, explotando de este modo la selectividad del disolvente entre hidrocarburos saturados ligeros y pesados, hemos hallado muy satisfactoriamente el modo de operación que sigue:
5. Cuando la fracción saturada ligera tiene la tendencia a pasar al refinado de la segunda etapa a la primera etapa, es necesario efectuar una recuperación para mantener en el ciclo una cantidad constante de dichos hidrocarburos saturados ligeros sin gran compensación. La práctica de compensación se puede efectuar en el refinado de la primera etapa o en el refinado de la segunda etapa.
10. Hemos observado que efectuándola en el refinado de la segunda etapa, en lugar de hacerlo en el refinado de la primera etapa, se obtienen varias ventajas de operación como es una reducción de la cantidad de disolvente necesaria para la primera operación y, por lo tanto una reducción de la dimensión de la columna y del consumo de energía térmica del ciclo completo.
15. Como ejemplo ilustrativo pero sin que suponga limitación alguna, a continuación se describe el procedimiento del presente invento tomando como referencia la figura 4.
20. A través de la columna 1 la mezcla de ali-
- 25.
- 30.



mentación se envía a la parte inferior del extractor 2 donde se efectúa un contacto en etapas múltiples y en una relación en contracorriente y el disolvente se introduce en la parte superior del extractor a través de la línea 3.

5.

El refinado sale del extractor desde la parte superior a través de la línea 4 y se alimenta al fondo de la columna de lavado 5 donde, se alimenta agua a la parte superior a través de la línea 6.

10.

Desde la parte superior o cabeza el refinado sale de la columna 5 a través de la línea 7 mientras que desde la cola, a través de la línea 8, el agua de lavado que contiene trazas de disolvente antes presentes en el refinado sale de la misma columna.

15.

De la cola de la columna 2, a través de la línea 9, el disolvente enriquecido con aromáticos pasa a la cabeza de las columnas 10, donde se introduce el agente de purificación en la cola de dicha columna a través de 11.

20.

Dicho chorro, en el caso presente consiste en agua, hidrocarburos alifáticos ligeros y los aromáticos más ligeros.

25.

Desde la cabeza del extractor 10, a través de la línea 12, el refinado sale de dicho extractor de purificación 10. Dicho chorro se alimenta a la columna de rectificación 13, a través de la línea 12, donde los hidrocarburos alifáticos ligeros se separan y se extraen como producto de cabeza a través de la línea 14, mientras que la fracción más pesada se obtiene con

30.

producto de cola y se recicla a través de la línea 15

381945



-10-

5. a la cola del extractor 2. Es evidente que los alifáticos ligeros, a excepción hecha de la cantidad enviada a la columna de destilación extractiva, efectúan su función en un circuito cerrado entre las columnas 10 y 13, mientras que la cantidad enviada a la destilación extractiva trabaja en un circuito cerrado más amplio.

10. Desde el extractor 10, como producto de cola, se obtiene un extracto con una gran pureza y se alimenta a través de la línea 16 a la columna de destilación extractiva 17.

En dicha columna, según las técnicas arriba mencionadas, se efectúa la destilación extractiva del extracto obtenido.

15. La función selectiva del disolvente permite obtener como producto de cabeza, a través de la línea 18 todos los compuestos hidrocarburos no aromáticos juntos con una parte de los aromáticos presentes más ligeros.

20. Dicho chorro se condensa y se envía a la columna 19 donde se efectúa una rectificación y se separa un producto de cabeza, sacándolo a través de la línea 20 y volviéndolo a utilizar en circuito cerrado. Desde la cola de la columna 19, a través de la línea 21, se saca una fracción de elevada temperatura de ebullición

25. que contiene también los hidrocarburos no aromáticos que presentan polaridad anómala; dicha fracción se recicla al extractor 2 en un punto situado por encima de la entrada de alimentación. De este modo se evita una acumulación de los hidrocarburos de polaridad anómala.

30.

381945

-11-

17



Si no se encuentran presentes dichos compuestos, el citado chorro se puede añadir a la mezcla de alimentación. Desde la cola de la columna 17 se obtiene el disolvente que contiene aromáticos con la pureza necesaria.

5.

Dicho chorro se alimenta, a través de la línea 22, a la columna 23 donde se lleva a cabo la separación de hidrocarburos del disolvente.

10.

El disolvente empobrecido se saca de la cola a través de la línea 24, se envía al cambiador 25 donde se recupera la mayor parte de su contenido en calor sensible y entonces el disolvente se vuelve a utilizar en la extracción. A la cabeza de la columna 23 se refluye a través de la línea 26 para obtener un producto de cabeza sin disolvente.

15.

A través de la línea 27 se obtiene un producto de cabeza, que se condensa y decanta en el decantador 28 donde la capa superior está constituida por aromáticos de pureza específica, que se sacan por la línea 29.

20.

La capa inferior consistente en agua se saca por la línea 30.

25.

Parte de esta agua se refluye a la columna 23, a través de la línea 26, mientras que otra parte se envía como agente de lavado a la columna 5 a través de la línea 6.

30.

El agua restante se divide y se alimenta una parte, a través de la línea 31, al cambiador de calor 25 y se envía evaporada al fondo de la columna 23. El resto se mezcla a través de la línea 32 con los

38194517



chorros de las líneas 20, 14, 8, y penetra, como agente de purificación, en el extractor 10 a través de la línea 11.

5. Con el fin de ilustrar mejor el procedimiento del invento se expone a continuación un ejemplo que no supone limitación a su alcance.

EJEMPLO -

10. Con relación al esquema simplificado de la figura 5, se utilizó como mezcla de alimentación una gasolina que tenía la composición siguiente:

Benceno	15% en peso
Tolueno	25% en peso
Xileno	25% en peso
Hidrocarburos saturados	35% en peso

15. Dicha carga de alimentación se envió al vigésimocuarto plato de la columna de extracción líquido-líquido 1, provista de 60 platos perforados, a una velocidad de flujo de 5 kg. por hora. A la cabeza de la columna 1, como disolvente, se alimentó formilmorfolina
20. con un 5% en peso de agua a una velocidad de flujo de 15 kg. por hora; a la cola de la columna 1 se alimentó la fracción más ligera de cabeza de la columna 2, a una velocidad de flujo de 1,8 kg. por hora con 0,7 kg. de agua; la fracción más pesada de la cabeza de la columna 2, condensada a una temperatura superior a 120°C.,
25. y a una velocidad de flujo de 0,2 kg. por hora, se mezcló con la carga de alimentación.

La columna funcionó a una temperatura comprendida entre 40° y 45°C.

30. El extracto que fluía del extractor 1 se



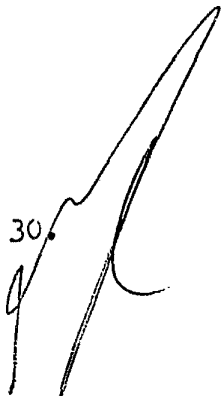
- calentó a 80°C. y se alimentó al plato de cabeza de la columna 2, provista de 27 platos, que funcionaba sin reflujo; la temperatura de cola de la columna 2 se mantuvo a 120°C. y el producto de cabeza se condensó
5. a dos temperaturas diferentes en los condensadores 3 y 4; en el condensador 3 se condensaron 0,2 kg. de hidrocarburo y en el condensador 4 se condensaron 1,8 kg.
- El chorro condensado en el condensador 3, que funcionaba a temperatura más elevada, se mezcló con
10. la carga de alimentación, el chorro condensado en 4 se envió a la cola del extractor 1. El disolvente enriquecido que fluía de la cola de la columna 2 se envió a la columna de destilación siguiente 5 provista de 22 platos, donde en la parte superior o cabeza se obtuvieron
15. aromáticos puros con 2,2 kg. por hora de agua y en la cola el disolvente que contenía un 5% en peso de agua; en la cola de la columna 5, que funcionaba a 152°C. se alimentó vapor de agua a una velocidad de 1,5 kg. por hora.
20. El disolvente que fluía de la cola de la columna 5, que contenía solamente trazas de aromáticos, se enfrió y se refluyó a la parte superior o cabeza de la columna de extracción 1.
- En dichas condiciones se obtuvieron de
25. la destilación siguiente de la mezcla de aromáticos, xilenos con 300 ppm. de no aromáticos.
- Operando en las mismas condiciones, pero sin efectuar separación por medio del condensador 3, el contenido de hidrocarburos no aromáticos era de 800 ppm.

381945

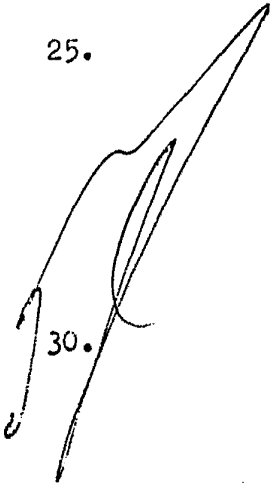


-14-

N O T A

- Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones
5. anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Italia nº 19812 A/69 de 18 de julio de 1.969 acogién-
10. dose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de invención por 20 años en España:
15. PROCEDIMIENTO PARA LA EXTRACCION DE HIDROCARBUROS AROMATICOS; caracterizándose por lo siguiente:
- 1ª - Procedimiento para la extracción de hidrocarburos aromáticos, que comprende una primera etapa de contacto de la mezcla de alimentación con el disolvente en un sistema de etapas múltiples, con los chorros en contracorriente; una segunda etapa de purificación del extracto de la primera etapa que se pone en contacto, con los flujos en contracorriente, con una fracción de hidrocarburo procedente, al menos en parte, de la tercera etapa de destilación extractiva; una tercera parte de destilación extractiva del extracto, procedente de la segunda etapa, que da un producto de cabeza que se utiliza en la segunda etapa como agente de purificación; y finalmente una cuarta etapa de rectificación del producto de cola de la tercera etapa, para separar los aromáticos del disolvente que recicla a
- 20.
- 25.
- 30.
- 



- la primera etapa, caracterizado porque la rectificación final se lleva a cabo con reflujo de agua; la fracción de baja temperatura de ebullición del producto de cabeza de la tercera etapa de destilación extractiva se utiliza como reflujo a la segunda etapa de purificación; la fracción de elevada temperatura de ebullición del producto de cabeza de la tercera etapa de destilación extractiva se desagüa ó recicla a la primera etapa, en un punto intermedio; una parte del agua, libre de disolvente, obtenida como producto de cabeza de la cuarta etapa de rectificación final se evapora y recicla a la cola de la misma etapa de rectificación para recuperar el calor sensible del disolvente empobrecido.
5. 2ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el disolvente se elige entre los derivados cetónicos y aldehídicos de morfolina y puede ser anhídrido o con agua.
10. 3ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque el disolvente es formil-morfolina anhidra o acuosa.
15. 4ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la separación de la fracción de baja temperatura de ebullición del producto de cabeza de la tercera etapa de destilación extractiva se lleva a cabo por rectificación en ausencia de disolvente.
20. 5ª - Procedimiento según la reivindicación 1ª, caracterizado porque la separación de la fracción de baja temperatura de ebullición del producto
25. 
- 30.

38194517



-16-

de cabeza procedente de la tercera etapa de destilación extractiva, se lleva a cabo por condensación en dos o más etapas.


5. 6ª - Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se añade una fracción alifática de baja temperatura de ebullición a la fracción de reflujo de la segunda etapa de purificación del extracto.

10. 7ª - Procedimiento según la reivindicación 4ª, caracterizado porque la fracción alifática de baja temperatura de ebullición se recupera por destilación del refinado obtenido de la segunda etapa de purificación del extracto.

15. 8ª - Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque se añade un chorro acuoso a la fracción de reflujo de la segunda etapa de purificación.

20. 9ª - Procedimiento según una o más de las reivindicaciones anteriores, caracterizado porque la fracción de reflujo de la segunda etapa de purificación del extracto está constituida por hidrocarburos aromáticos, que se encuentran ya con la pureza final necesaria y se produce en un separador diferente al que da el producto final.

25. 10ª - Procedimiento para la extracción de hidrocarburos aromáticos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en los dibujos adjuntos.





Esta Memoria consta de diecisiete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 17 JUL. 1970

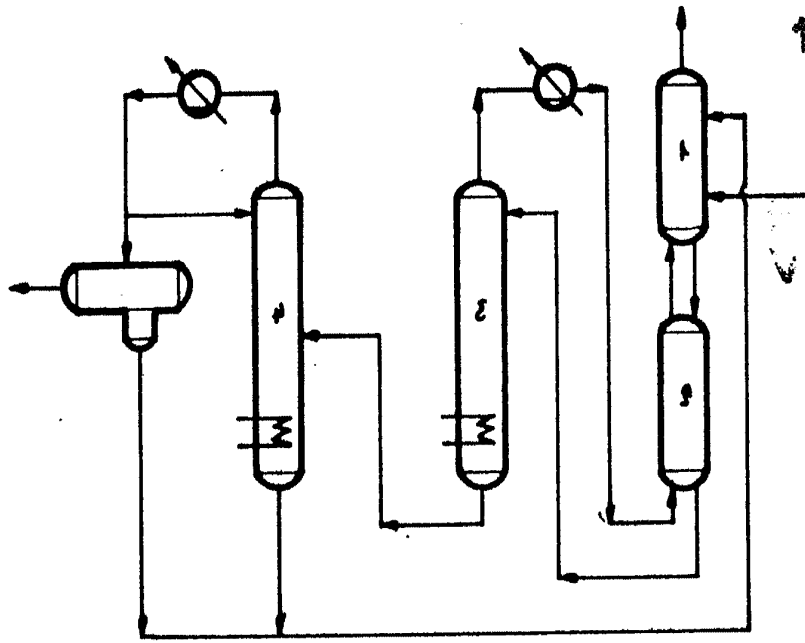
SNAM PROGETTI S.p.A.,

L. GOMEZ ACEBO Y MODEI
D. D. Firmador: F. Hernández Rola

381903

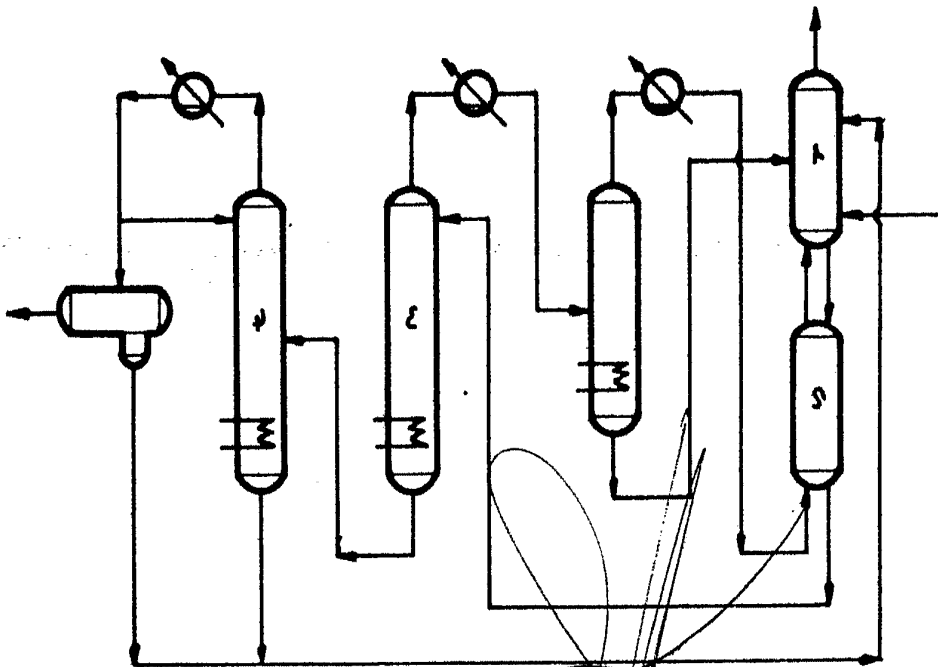


17



VARIABLE

1.017



S.017

Madrid 17 JUL 1970

381945

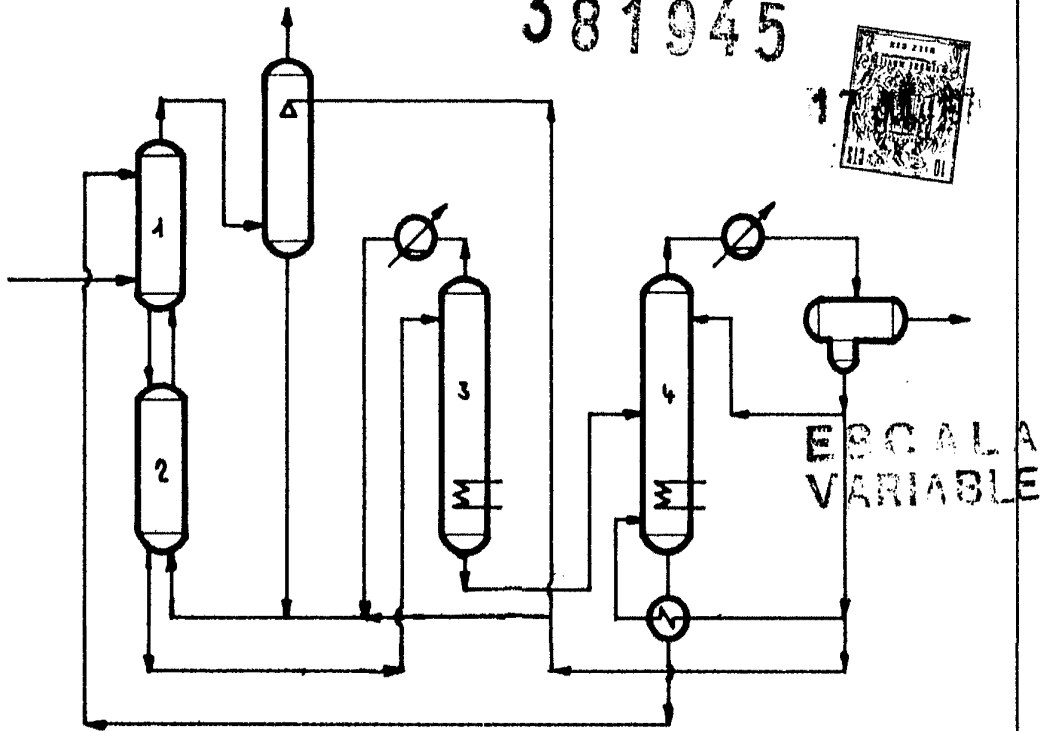


FIG. 3

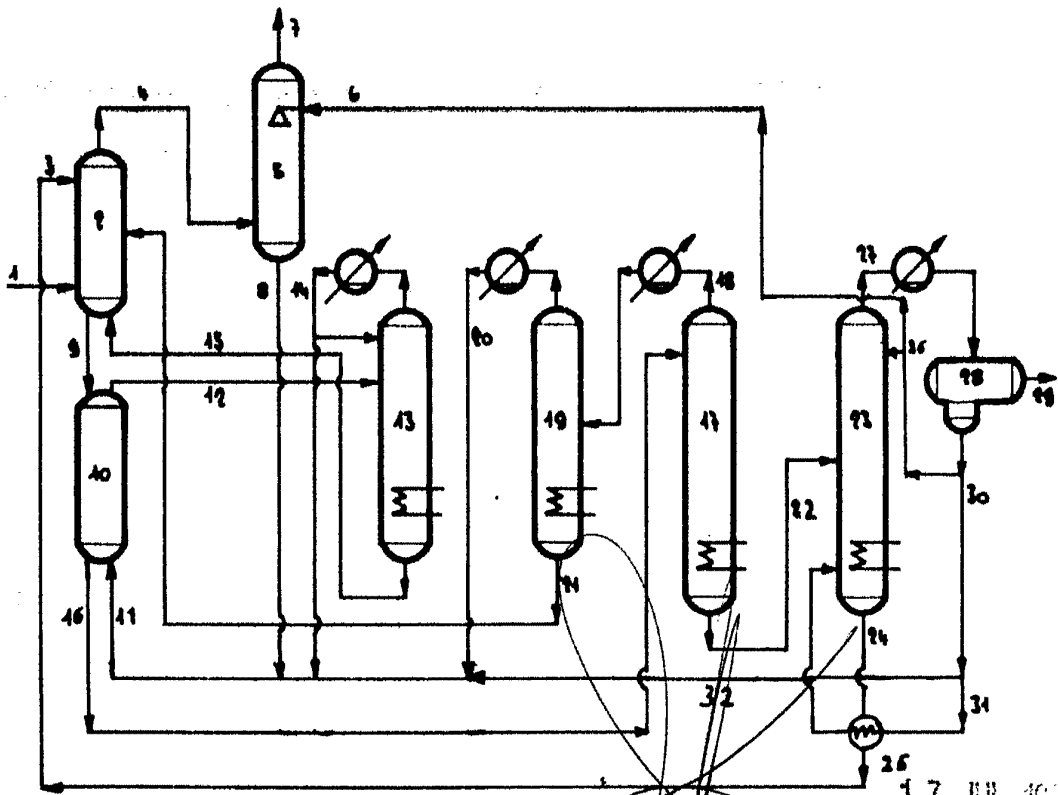


FIG. 4

Madrid

17 JUL 1971

GOMEZ ACEBO Y MO...
Firmado: F. Hernández Kutz

381945

17



ESCALA
VARIABLE

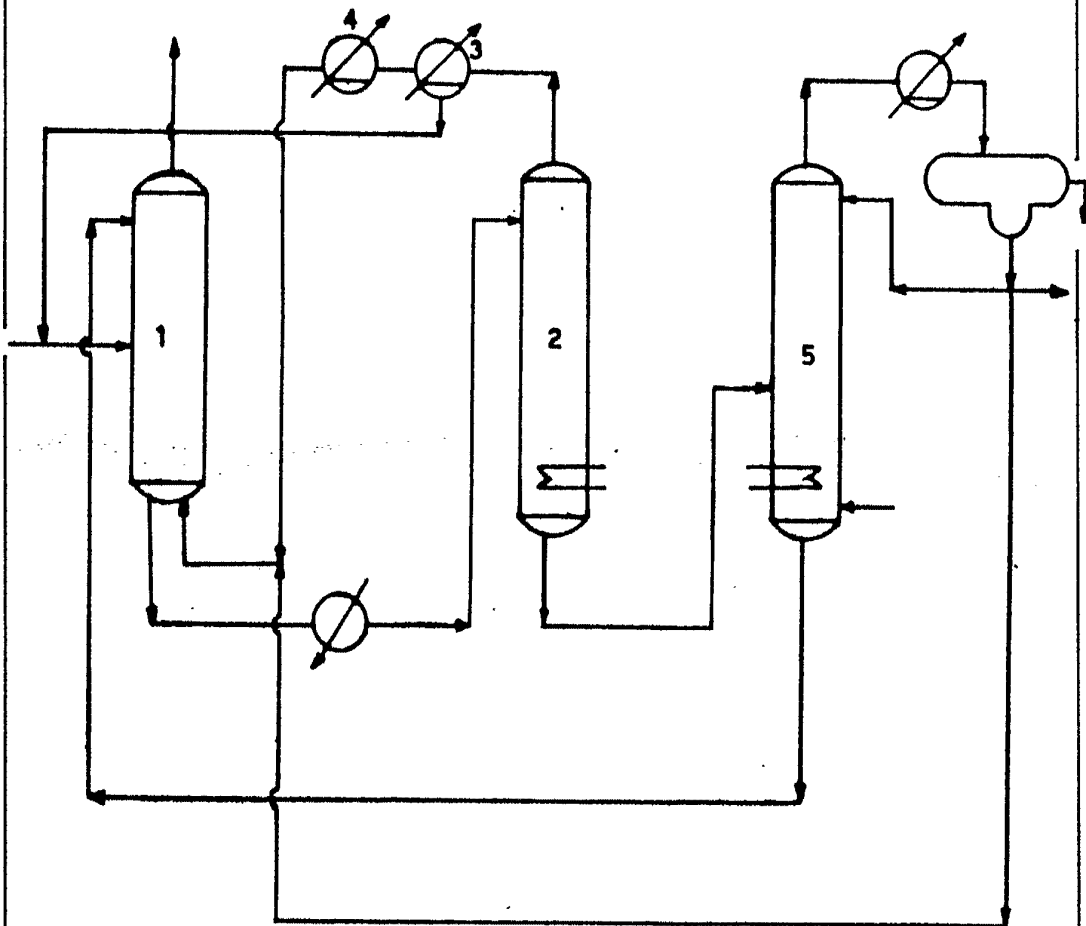


FIG. 5

Madrid 17 JUL 1970

J. GOMEZ ACEBO Y MODELL
D. P. Firmado: E. Hernández Gil