



L7

| |
|-----------------------|
| SECCION: TECNICA |
| CLASIFICACION: I.P.C. |
| CLASE: C07 |
| SUBCLASE: C |

382576

MEMORIA DESCRIPTIVA
de una Patente de Invención a nombre de:
EDELEANU GESELLSCHAFT MBH., de nacionali-
dad alemana, domiciliada en Frankfurt/
Main, Stresemannallee 36 (ALEMANIA); por:
"PROCEDIMIENTO PARA LA DESCOMPOSICION DE
ADUCTOS DE UREA Y N-PARAFINAS".

-----ooo000ooo-----

5 Los aductos a base de urea y n-parafinas, denomina-
dos en lo que sigue "aductos", resultan en procedimientos co-
nocidos de desparafinación, con urea para la separación de n-
parafinas a partir de mezclas de hidrocarburos. Los aductos,
según la índole del procedimiento conocido, resultan bien sea
en forma de sustancias granuladas cristalinas y puras, que so-
lo consisten en urea y n-parafinas, bien sea en forma de gra-
nos, en los cuales está incluida agua u otro disolvente o ambos
a la vez. También resultan aductos humedecidos con agua o con
10 disolventes. La obtención de las n-parafinas y la recuperación
de la urea tiene lugar por descomposición de los aductos.

Es sabido descomponer los aductos por calentamien-



382576

to. Si los aductos están libres de agua, es sabido disminuir la temperatura de descomposición por adición de agua durante el calentamiento. Si los aductos contienen agua, es sabido que la temperatura de descomposición es tanto más baja cuanto mayor es el contenido de agua. Todos los procedimientos conocidos poseen la desventaja de que la temperatura de descomposición es demasiado elevada o de que la cantidad de agua presente durante la descomposición es desventajosamente grande. En efecto, una temperatura de descomposición demasiado elevada conduce a pérdidas de urea por desdoblamiento en amoníaco y dióxido de carbono o por otras reacciones secundarias, tales como por ejemplo formación de biuret. Cantidades de agua demasiado grandes en la masa de aducto llevada a la descomposición son igualmente desventajosas, dado que la solución acuosa de urea que se forma en la descomposición resulta entonces excesivamente diluida para poder ser empleada de nuevo para la constitución del aducto. Una concentración por evaporación de las cantidades de agua en exceso es indispensable antes de la nueva utilización. Una desventaja más de todos los procedimientos conocidos consiste en que la temperatura de descomposición no solamente depende de la cantidad del agua presente durante la descomposición, sino también además de la longitud de cadena de la n-parafina que ha formado aducto. Al aumentar la longitud de cadena sube la temperatura de descomposición. A causa de esta dependencia resultan dificultades en la realización continua del procedimiento para la separación de n-parafina desde mezclas de hi-

382576

47 A



drocarburos, tan pronto como oscile su composición.

5 Por lo tanto, es misión del invento proporcionar un procedimiento para la descomposición de los aductos, en el cual la temperatura de descomposición sea tan baja que no puedan aparecer ninguna pérdida de urea por reacciones secundarias, y en el cual esta baja temperatura de descomposición se logre con una cantidad de agua suficientemente pequeña, de modo que la solución acuosa de urea que resulta en la descomposición no necesite ser concentrada. Además, es misión del invento crear un procedimiento en el cual la temperatura de descomposición sea prácticamente independiente de la longitud de cadena de las n-parafinas contenidas en el aducto, de manera que el procedimiento de acuerdo con el invento pueda ser utilizado de modo ventajoso en la desparafinación de mezclas de hidrocarburos, cuya composición oscila fuertemente.

10

15

El invento resuelve estas misiones mediante un procedimiento para la descomposición de los aductos por calentamiento de los mismos en un recipiente en presencia de agua y de al menos un disolvente no miscible con agua, que no es capaz prácticamente de formar aductos con urea y que disuelve n-parafinas, hasta que haya tenido lugar la descomposición de los aductos, caracterizado porque el recipiente está cerrado por toda la duración del calentamiento, y se prosigue el calentamiento más allá del momento en que ha tenido lugar la descomposición, al menos hasta que el contenido del recipiente

20

25

382576

67 AG



te se ha separado en dos capas.

Por el hecho de mantener cerrado el recipiente por toda la duración del calentamiento se garantiza que ningún componente del contenido del recipiente pueda desprenderse de este hasta que haya tenido lugar la separación de las capas. Esto sirve especialmente para componentes fácilmente volátiles, a los cuales no se podía impedir desprenderse del recipiente a la temperatura de descomposición incluso mediante un refrigerador de reflujo. En el caso de dimensionar demasiado pequeño el refrigerador de reflujo, estos componentes escaparían hacia fuera y en el caso de dimensionarlo con tamaño suficiente una parte considerable permanecería constantemente en el refrigerador de reflujo en forma de condensado y por lo tanto sería sustraída del contenido del recipiente. Como componentes fácilmente volátiles, se consideran principalmente los azeótropos de agua y del disolvente que, independientemente del punto de ebullición del disolvente utilizado en cada caso, siempre tienen un punto de ebullición más bajo que el del agua. Como no obstante, se utilizan preferiblemente disolventes de punto de ebullición más bajo que el del agua, tales como hidrocarburos inferiores e hidrocarburos clorados inferiores, el punto de ebullición de los azeótropos que se forman con agua se encuentra todavía por debajo del punto de ebullición de este disolvente.

Por el hecho de que durante el calentamiento no se desprende desde el recipiente ningún componente del contenido de este recipiente, aumenta en el aparato de descomposición la presión, y el disolvente es calentado por encima de su punto de ebullición a la presión normal. Este aumento de presión y este calentamiento del disolvente presente por encima de su

382576



temperatura de ebullición a la presión normal producen una dis-
minución de la temperatura de descomposición del aducto.

5 Mediante el hecho de proseguir el calentamiento más
allá del momento de haber tenido lugar la descomposición, hasta
la separación de capas, se impide una nueva formación de aduc-
to de las n-parafinas con la urea.

10 En calidad de disolventes, son apropiados, entre
otros, alcoholes, éteres, cetonas alifáticos de bajo peso mo-
lecular, de cadena ramificada o cíclicos, y también practicamen-
te cualquier clase de hidrocarburos é hidrocarburos clorados
ligeros. Ejemplos especiales son iso.hexanol, éter dietílico,
butanona, iso-pentano, iso-hexano, metilciclopentano o diclo-
rometano y dicloroetano. También son apropiados, en calidad
de disolventes, compuestos aromáticos y nafténicos definidos.

15 Como recipientes se utilizan convenientemente reci-
pientes susceptibles de ser calentados, equipados con dispo-
sitivos de agitación. Es especialmente ventajoso dividir el
recipiente en dos tramos, ~~ambos~~ de los cuales son susceptibles
de ser calentados, pero en que solo el primero está equipado
20 con un dispositivo de agitación. En el primer tramo se calien-
ta bajo agitación hasta haber tenido lugar la descomposición.
Luego se transfiere el contenido del recipiente al segundo tra-
mo y se le deja allí al menos hasta que haya tenido lugar la
separación de capas. Todo el interior del recipiente, es de-
25 cir ambos tramos, es mantenido a la temperatura de descomposi-
ción al menos hasta que haya tenido lugar la separación de ca-
pas.

382576

7 AG

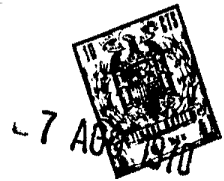


Una forma de realización conveniente del recipiente con dos tramos consiste en estructurar los dos tramos por sí solos en forma de recipientes, que son comunicados entre sí. Estos dos recipientes están eventualmente abiertos o cerrados uno con relación al otro, pero en lo que se refiere al ajuste de temperatura son considerados como un único recipiente. Por este concepto, se piensa en las dos siguientes situaciones:

Primero: Desde el comienzo del calentamiento del material incorporado en el primer recipiente, más allá del momento en que ha tenido lugar su descomposición, hasta que al menos ha tenido lugar su transferencia al segundo recipiente, el primer recipiente está cerrado hacia fuera. En este caso se entiende como "fuera" cualquier espacio no perteneciente al interior del primer recipiente, en el que puedan desprenderse cantidades significativas de cualesquiera componentes del contenido del primer recipiente. Por lo tanto, también el interior del segundo recipiente puede ser considerado como "fuera", siempre que no esté suficientemente lleno.

Segundo: Hasta tanto que el material que se encuentra en el segundo recipiente no se ha separado totalmente en dos capas, el segundo recipiente está cerrado hacia fuera y se mantiene en el interior del segundo recipiente la temperatura de descomposición. En este caso se entiende como "fuera" lo mismo que en el caso del primer recipiente, y correspondientemente, también el primer recipiente puede ser considerado como "fuera". La transferencia del material desde el primer recipiente al segundo recipiente tiene lugar a través de

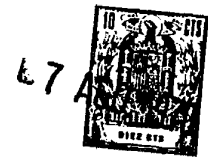
382576



conducciones que durante la transferencia son mantenidas a la temperatura de descomposición.

De acuerdo con el procedimiento del invento, se puede trabajar de manera discontinua. Se incorporan en el recipiente o en el primer tramo del recipiente o en el primer recipiente del sistema de doble recipiente, que ha de ser considerado como un único recipiente, aducto, agua y disolvente. En este caso, el agua y el disolvente pueden estar incluidos tanto en granos de aducto, o pueden estar mezclados con estos o pueden ser incorporados también separadamente. En general, se incorpora el agua en forma de solución acuosa de urea. El recipiente es cerrado hacia fuera, y su contenido es llevado bajo agitación a la temperatura de descomposición. Después de haber tenido lugar la descomposición y de haber terminado la agitación, se deja sedimentar el contenido del recipiente hasta que haya tenido lugar la separación de fases. En el caso de trabajar en un doble recipiente, se transfiere la mezcla de productos formada en la descomposición al segundo tramo de recipiente unido con el tramo de descomposición, en el cual segundo tramo tiene lugar entonces la separación de capas. Hasta ese momento se mantiene en el contenido del recipiente la temperatura de descomposición. Después de haber tenido lugar la separación de capas, ya no aparece ninguna nueva formación de aductos. Las capas son retiradas de modo separado y el proceso comienza de nuevo con la incorporación de aducto, de agua o solución acuosa de urea y de disolvente en el recipiente o en el primer tramo del recipiente o en el primer tramo del siste-

382576



5 ma de doble recipiente, que ha de ser considerado como un único recipiente. Las proporciones cuantitativas favorables de aducto: agua: disolvente y las temperaturas de descomposición determinadas de este modo son citadas en los ejemplos de realización.

10 Ventajosamente, de acuerdo con el procedimiento del invento se trabaja no obstante de modo continuo, a saber con un recipiente dividido en dos tramos o con su modificación, el sistema de doble recipiente. Se mantiene continuamente lleno el segundo recipiente y su contenido se mantiene a la temperatura de descomposición. El contenido del primer recipiente es agitado de modo continuo y en este caso también se conserva a la temperatura de descomposición. Entonces, a través de una o varias esclusas que se abren y cierran periódicamente, se alimentan cantidades dosificadas en cuanto al tiempo de aducto, agua y disolvente en el primer recipiente. Las cantidades alimentadas desplazan a cantidades correspondientes del contenido del primer recipiente hacia el segundo recipiente. En el segundo recipiente se encuentra arriba, una capa de n-parafina disuelta en el disolvente y, abajo, una capa que consiste en solución acuosa de urea. Por arriba y por abajo se retiran las capas puras de modo intermitente o continuo. Esto tiene lugar en una medida tal que son prácticamente despreciables las oscilaciones de presión en el sistema de doble recipiente a causa de la alimentación en el primer recipiente o de la retirada desde el segundo recipiente.

25 En lo que se refiere a la hermetización frente a la

382576



5 presión que reina en la etapa de formación de aducto son espe-
cialmente ventajosas, para la alimentación en el primer reci-
piente, esclusas tal como están representadas en las figuras
1 y 2. Los rotores 1 y las superficies internas 2 de la envol-
vente 3 están revestidas, por razones de estabilidad del ma-
terial, especialmente con poli(hidrocarburos fluorados).

El siguiente ejemplo debe explicar el invento, pero
no limitar su validez general.

1^{er} EJEMPLO:

10 Se calentaron en el recipiente cerrado 133 partes
en peso de granos de aducto con 20 partes en peso de dicloro
metano.

(Los granos de aducto se componen de 64,5 partes en
15 peso de aducto y de 68,5 partes en peso de solución acuosa
de urea, que estaba incluida en el aducto.

El aducto consistía en 49,5 partes en peso de urea
y 15,0 partes en peso de n-parafinas C₂₀.

La solución acuosa de urea consistía en 40,5 partes
en peso de urea y 28,0 partes en peso de agua.

20 La composición bruta de los granos de aducto era
por consiguiente de 90 partes en peso de urea, 15 partes en
peso de n-parafinas-C₂₀ y 28 partes en peso de agua).

25 Cuando la temperatura en el recipiente cerrado hubo
llegado a 76°C, tuvo lugar la descomposición del aducto. Este
temperatura fué mantenida durante aproximadamente 5 minutos.
Después de esto, estaba terminadas tanto la descomposición del



382576

aducto como también la separación en dos capas. Se retiraron 33 partes en peso de una capa superior y 118 partes en peso de una capa inferior.

5 La capa superior pudo ser separada por destilación en 19 partes en peso de diclorometano y 14 partes en peso de parafina. La capa inferior fue utilizada nuevamente para la producción de aducto. Los granos de aducto que resultaron en este caso tenían la misma composición que la que se empleó arriba. De este modo, se repitió continuamente el proceso
10 aquí descrito, de manera que la solución acuosa de urea completó un circuito cerrado. Las pérdidas de urea durante este circuito cerrado fueron de 0,4% en 24 horas.

A título comparativo, se describen los siguientes ejemplos en recipiente abierto:

15 2º EJEMPLO:

Igual que en el primer ejemplo, pero se trabajó en recipiente abierto, desde el cual se separaba por evaporación diclorometano durante el calentamiento. La descomposición se inició sólo a 92°C y estaba terminada totalmente solo a 96°C.
20 Las pérdidas de urea durante el circuito cerrado fueron de 6,5% en 24 horas.

3º EJEMPLO:

Igual que en el segundo ejemplo, pero con adición de 18 partes en peso más de agua. Aquí la descomposición también
25 comenzó a 76°C y pudo ser terminada a esta temperatura. Sin



embargo, el agua añadida debió ser evaporada desde la solución acuosa de urea, que resulta en este caso en forma diluida, antes de la nueva utilización de la misma.

N O T A

5

Se reivindica como nuevo y de propia invención.

10

15

20

1.- Procedimiento para la descomposición de aductos de urea y n-parafinas, caracterizado porque se calientan en un recipiente cerrado dichos aductos en presencia de al menos un disolvente no miscible con agua, prácticamente no susceptibles de formar aductos con urea y que disuelven n-parafinas del tipo de alcoholes, éteres, cetonas alifáticas de bajo peso molecular de cadena ramificada o cíclica, hidrocarburos inferiores, hidrocarburos clorados o compuestos aromáticos y nafténicos entre otros, teniendo lugar la descomposición de los aductos en dicho recipiente cerrado a hermeticidad a gases durante el período de calentamiento lo que permite temperaturas de descomposición superiores a las temperaturas de ebullición del disolvente, pudiendo proseguir el calentamiento más allá del momento en que ha tenido lugar la descomposición, al menos hasta que el contenido del recipiente se separa en dos capas, y estando prevista la recuperación de la urea o de la disolución de la misma para sucesivas operaciones.

25

2.- "PROCEDIMIENTO PARA LA DESCOMPOSICION DE ADUC

Be

382576



TOS DE UREA Y N-PARAFINAS".

Tal como se describe y reivindica en la presente Memoria Descriptiva, que consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara y de sus correspondientes dibujos.

5

kg

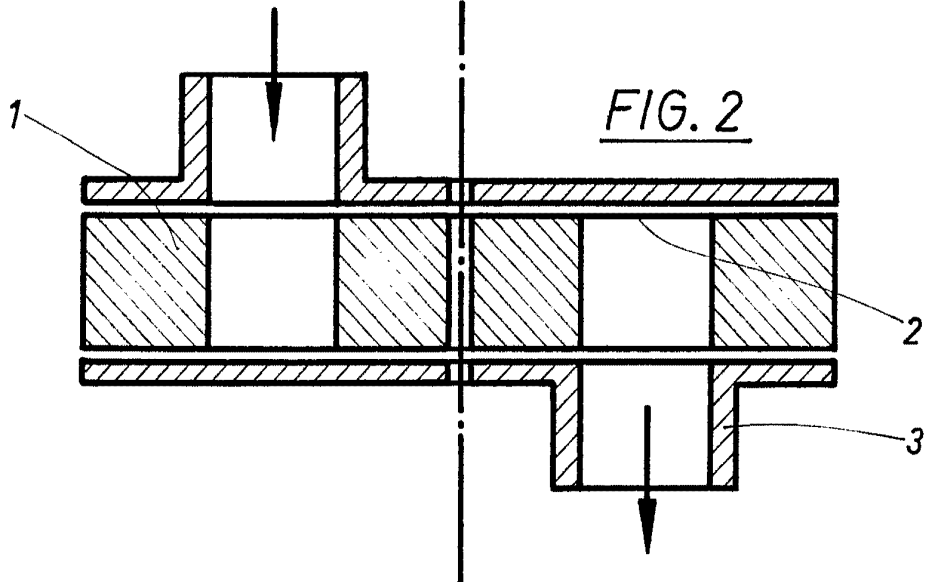
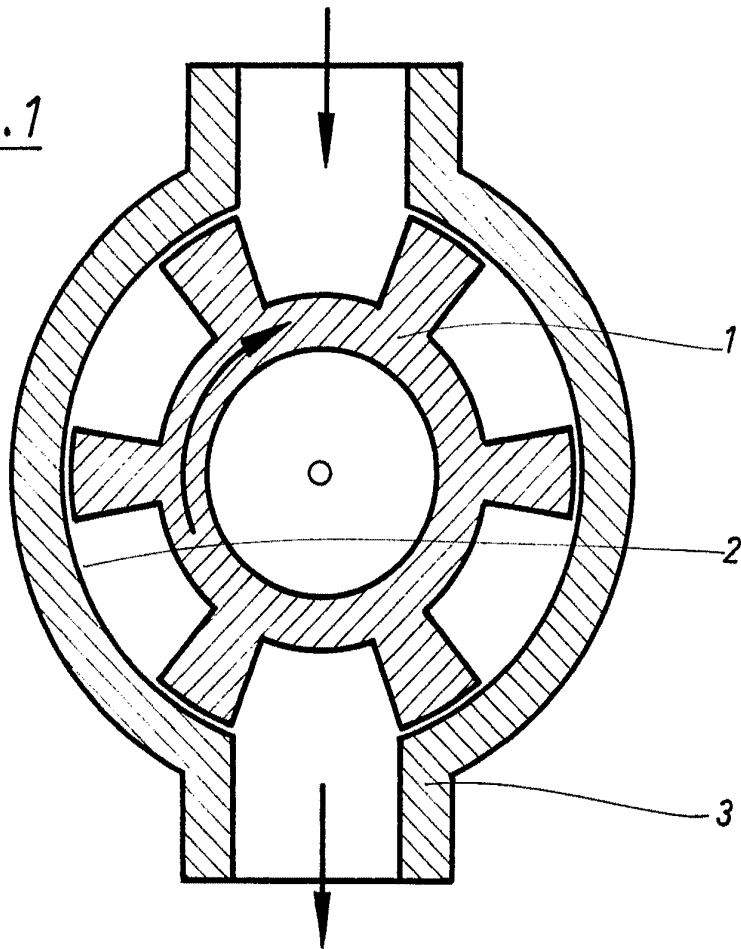
Madrid, 7 de Agosto de 1.970

CARLOS FERNANDEZ CASIELAN
PP

382576



FIG. 1



Escala variable

Madrid, 7 Agosto 1970

Inaudé