

389035

Nº 389.035



SECCION TÉCNICA
CLASIFICACION I. P. C.
CLASE 210
SUBCLASE 6

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: FOSTER GRANT CO., INC.

RESIDENCIA: LEOMINSTER, MASSACHUSETTS, U.S.A.

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO PARA LA RECUPERACION
DE HIDROCARBUROS.

Prioridad: Patente estadounidense n.º 17.901 del 9.3.70.

MGS.-

389035



COMPENDIO

1

Un material de alimentación de residuos de alquilación aromático se somete a hidropirolización mediante el uso de un catalizador que puede ser una mezcla de óxido de molibdeno y cobalto, molibdeno y níquel o molibdeno, cobalto y níquel y un portador tal como alúmina.

5

Esta invención se relaciona por lo general con la hidropirolización catalítica de los residuos de destilación que resultan de la producción de los compuestos de alquilbenceno, tales como etilbenceno, metiletilbenceno y dietilbenceno.

10

Más particularmente, esta invención se relaciona con la hidropirolización catalítica de los residuos de destilación de la alquilación de benceno y alquilbenceno, tales como tolueno y etilbenceno con etileno para producir alquilbencenos, tales como etilbenceno, metiletilbenceno y dietilbenceno. El procedimiento de esta invención convierte una cantidad considerable de los residuos de destilación que tienen un valor económico muy bajo, en caso de tenerlo, en compuestos aromáticos valiosos.

15

20

En un método usado extensamente para la producción de vinilbencenos, el benceno y los alquilbencenos, tales como tolueno y etilbenceno, se alquilan con etileno mediante el uso de catalizadores del tipo Friedel-Crafts u otros catalizadores de alquilación, tales como alúmina. El producto de la reacción de alquilación se remueve mediante destilación a presión reducida, hasta que se hayan removido todos los compuestos de benceno mono-sustituídos di-sustituídos y tri-sustituídos y algunos tetrasustituídos. En la producción de etilbenceno, la destilación se de

25

30

389035



1 tiene cuando la temperatura es de aproximadamente 204°C., a
una presión de aproximadamente 25 mm de mercurio. El resi-
duo desde la destilación consiste de una mezcla de polime-
5 tilbencenos y polietilbencenos así como compuestos aromáti-
cos, tales como indanos, naftalenos, difenilos, acenaftale-
nos y fenantrenos. Este residuo de destilación por lo gene-
ral solo es apropiado para usarse como aceite combustible.
El producto de la etapa de alquilación se deshidrogena ca-
taliticamente para proporcionar vinilbencenos, tales como
10 estireno, viniltolueno, etilvinilbenceno y divinilbenceno.

En el procedimiento de esta invención, el mate-
rial de alimentación que consiste del residuo de la desti-
lación del producto de alquilación, se hace pasar hacia un
reactor de preferencia a una temperatura elevada, por ejem-
15 plo una temperatura de aproximadamente 150°C a aproxima-
damente 316°C y se mezcla con hidrógeno a medida que entra
en el reactor. La cantidad de hidrógeno mezclado con el ma-
terial de alimentación es por lo menos una cantidad que
sea suficiente para saturar cualesquiera de los compuestos
20 de hidrocarburos no saturados, que resultan de la piroliza-
ción de los componentes del material de alimentación y de
preferencia de aproximadamente 0,640 a aproximadamente
1,131 metros cúbicos normales de hidrógeno, por 0,454 kg.
de material de alimentación. Si la cantidad de hidrógeno
25 es menor de aproximadamente 0,640 metros cúbicos normales
por 0,454 kg. de material de alimentación, los compues-
tos no saturados que se forman no se hidrogenan completa-
mente y si la cantidad de hidrógeno es mayor de aproxima-
damente 1,132 metros cúbicos normales por 0,454 kg. de ma-
30 terial de alimentación, cierta cantidad del hidrógeno no

389035



1 se utiliza. La mezcla de material de alimentación y de hidrógeno se hace pasar a través de un lecho de catalizador que se mantiene a temperatura de aproximadamente 427°C a aproximadamente 704°C, de preferencia de aproximadamente 538° a aproximadamente 649°C. Si la temperatura del lecho de catalizador es inferior a aproximadamente 427°C el régimen de reacción es indeseablemente bajo y si la temperatura del lecho de catalizador es superior a aproximadamente 704°C se forma una cantidad excesiva de carbono como resultado de la pirolización de los componentes de hidrocarburo del material de alimentación que disminuye la actividad del catalizador y reduce el rendimiento de los productos aromáticos deseables. La presión dentro del reactor se mantiene dentro de la escala de aproximadamente 10,545 a 15 aproximadamente 49,210 kg. por cm² manométrica, de preferencia de aproximadamente 14,060 a aproximadamente 28,120 kg. por cm² manométrica. Si la presión es inferior a aproximadamente 10,545 kg. por cm² manométrica, las reacciones de hidropirolización no llegan a completarse tal y como se desea, debido a que la presión parcial del hidrógeno es demasiado baja. Si la presión es mayor de aproximadamente 20 49,210 kg. por cm² manométrica, hay pirolización excesiva de los componentes de hidrocarburo del material de alimentación, lo cual da por resultado la formación de carbono y una duración más corta del catalizador. El material de alimentación se hace pasar a través del lecho de catalizador a razón de aproximadamente 0,0136 a aproximadamente 1,589 25 kg. del material de alimentación por 0,454 kg. de catalizador por hora. Si el régimen es inferior a aproximadamente 30 0,0136kg. de material de alimentación por 0,454 kg. de



389035

1 catalizador por hora, el procedimiento es ineficiente y es
ineconómico. Si el régimen es mayor de aproximadamente -
2,270 kg. de material de alimentación por 0,454 kg. de cata
lizador por hora, las reacciones de hidropirolización no se
5 completan y ésto da por resultado una conversión baja y un
rendimiento bajo de los compuestos aromáticos saturados
deseados.

El producto final de las reacciones de hidropirolización es un líquido de baja viscosidad que puede desgasificarse y destilarse por fraccionamiento. Destilando la
10 corriente desgasificada hasta una temperatura de 165°C a presión atmosférica, se obtiene un destilado que contiene materiales utilizables tales como benceno, tolueno, etilbenceno, xilenos, metiletilbencenos y dietilbenceno. El destilado puede hacerse recircular hacia la reacción de alquilación o fraccionarse adicionalmente para proporcionar componentes prácticamente puros. El residuo de la destilación se compone grandemente de polialquilbencenos y materiales poliméricos saturados y puede usarse como aceite combustible o hacerse recircular y combinarse con el material de alimentación de la hidropirolización.
15
20

En otras palabras, el residuo procedente de la destilación del material hidropirolizado puede ser de nuevo hidropirolizado para producir valiosos compuestos aromáticos adicionales. Si el residuo procedente de la destilación del material hidropirolizado ha de ser sometido a un nuevo hidropirolizado puede resultar conveniente hacerlo separadamente en lugar de reciclarlo dentro de la unidad de hidropirolizado del residuo de destilación de etilbenceno. En
25
30 ese caso, el material de alimentación estaría compuesto

389035



1 sustancialmente por polialquilbencenos, difenilo, compues-
tos aromáticos de anillo fundido y materiales poliméricos
saturados. Entre los componentes presentes en los materia-
les poliméricos saturados se encuentran poliestireno, po-
5 lietilvenilbenceno y sus mezclas y otro material poliméri-
co aromático de vinilo. No es necesario que estos materia-
les sean obtenidos de un residuo de destilación sino que
en realidad pueden obtenerse de cualquiera otra fuente.

10 Por lo general los catalizadores de hidropiroli-
zación apropiados para usarse en la práctica de esta inven-
ción, son los óxidos de metales, por ejemplo cobalto, ní-
quel y molibdeno que se sostienen sobre un material tal co-
mo alúmina. Los catalizadores preferidos contienen una com-
binación de óxidos de cobalto y molibdeno, una combina-
15 ción de óxidos de níquel y molibdeno y una combinación de
óxidos de cobalto y molibdeno acelerados o activados por
óxidos de níquel.

20 Mas particularmente, los catalizadores que pue-
den usarse en el procedimiento de esta invención son los
óxidos de cobalto y molibdeno, óxido de níquel acelerado
por el óxido de cobalto y molibdeno o los óxidos de níquel
y molibdeno sobre un material de soporte de preferencia -
alúmina y se preparan por lo general añadiendo una canti-
dad controlada de un ácido fuerte a una mezcla de compues-
25 tos metálicos y un portador, tal como alúmina. Se añade -
una cantidad suficiente de agua para reducir la mezcla has-
ta una consistencia más o menos fluida que es apropiada pa-
ra extrusión y el lote se hace pasar a través de una matriz
apropiada, de preferencia de acero inoxidable para formar
30 los materiales extruidos conformados. El material extruido

389035



1 luego se seca y/o se calcina a alta temperatura para expul-
sar el agua y convertir los compuestos metálicos en óxidos
sustentados sobre el portador.

5 Más particularmente, el método preferido para -
fabricar el catalizador consiste de mezclar hidrato de
alumina y óxido de molibdeno con una solución acuosa de una
sal de cobalto o con una sal de níquel o con una mezcla de
sales de cobalto y de níquel que son convertibles en óxido
de cobalto y óxido de níquel durante la calcinación. En un
10 procedimiento de mezclado preferido, el óxido de molibdeno
los compuestos de cobalto y de níquel se dispersan unifor-
memente a través de la alúmina y se forma una mezcla sóli-
da húmeda. Luego, un ácido mineral fuerte tal como ácido
nítrico, ácido clorhídrico ó ácido sulfúrico, se añade en
15 una cantidad controlada para convertir el sólido húmedo en
una pasta capaz de extruirse. Cuando el ácido es ácido ni-
trico, la cantidad del ácido que se selecciona debe ser por
lo menos de 2,5 por ciento en peso de ácido concentrado co-
mercial (63 por ciento) basándose en el peso total del pro-
20 ducto acabado, siendo la escala preferida de 5 por ciento
a 10 por ciento. La cantidad del ácido concentrado puede
exceder del 10 por ciento en peso ya que el exceso se remue-
ve durante la calcinación, pero debido a razones de econo-
mía dicho exceso usualmente es indeseable. Con otros ácidos
25 minerales se seleccionan cantidades equivalentes molares
del ácido. Se añade una cantidad suficiente de agua a la
mezcla simultánea y/o subsecuentemente, a fin de formar una
pasta capaz de extruirse, y la mezcla de catalizador se ha-
ce pasar a través de una matriz u otro aparato para formar
30 extrusiones. La cantidad de agua usada para preparar la -

389035



1 pasta capaz de extruirse, se selecciona con respecto a la
consistencia de la mezcla, después de haberse añadido el
ácido. Se añade una cierta cantidad de agua con el ácido y
el agua adicional que pueda requerirse para producir la ma-
5 sa capaz de extruirse se selecciona mediante experimentos
sencillos para lograr una pasta de la consistencia apropia-
da. Las extrusiones se calcinan a una temperatura de mane-
ra tal que la humedad se evapora, las sales de cobalto y
de níquel se descomponen, la alúmina se deshidrata parcial-
10 mente y las extrusiones se convierten en gránulos de cata-
lizador duros que tienen una resistencia física considera-
ble y que resisten la regeneración repetida sin deteriora-
ción apreciable.

Pueden emplearse si se desea, ciertas variacio-
15 nes al procedimiento preferido anteriormente descrito. Por
ejemplo, si los compuestos utilizados son compatibles con
el ácido usado, la adición del ácido puede efectuarse si-
multáneamente con los compuestos de cobalto y de níquel.
Además, no es necesario que el ácido esté altamente concen-
20 trado en el momento de la adición y, si se desea, toda la
cantidad o cierta cantidad del agua añadida para ajustar
la composición hasta formar una pasta extruible puede mez-
clarse con el ácido antes de la adición del ácido a la mez-
cla.

25 El material portador o de soporte usado para for-
mar el catalizador extruido de conformidad con esta inven-
ción es alúmina, de preferencia una alúmina hidratada, tal
como aquella que contiene proporciones aproximadamente -
iguales de beta- $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y alfa- $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$, que al calci-
30 narse a la temperatura dentro de la escala de 371°C, a -

389035



1 482°C se convierte en su mayoría en $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Otras alú-
minas hidratadas tales como $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$, así como la
alúmina calcinada o la alúmina deshidratada de otra mane-
ra, pueden usarse para producir el catalizador. Durante la
5 calcinación del catalizador de alúmina estruído, deben evi-
tarse temperaturas elevadas o puede dar por resultado una
alúmina "completamente quemada". La temperatura de calcina-
ción preferida queda dentro de la escala de 316° a 538°C,
aun cuando pueden usarse temperaturas más elevadas que no
10 excedan la temperatura de sublimación (de aproximadamente
1200°C) del trióxido de molibdeno.

Cuando el catalizador es una mezcla de óxido de
cobalto y molibdeno o de óxido de níquel y molibdeno, la
relación atómica de cobalto a molibdeno y de níquel a molib-
15 deno puede variar de 1 a 5 hasta 1 a 1. Cuando el cataliza-
dor es una mezcla de óxido de cobalto y molibdeno activada
con óxido de níquel, la relación atómica del níquel y co-
balto combinados con respecto al molibdeno puede variar de
1 a 5 hasta 1 a 1. Las cantidades relativas pueden contro-
20 larse ajustando las cantidades de óxido de molibdeno y de
sales de níquel y cobalto que se usan en las etapas inicia-
les de la fabricación del catalizador. La sal de cobalto
y la sal de níquel pueden ser cualquier sal de cobalto o
de níquel que sea soluble en agua y convertible en el óxi-
25 do durante la calcinación, tales como cloruros de cobalto
o níquel, nitratos de cobalto o níquel y sulfatos de cobal-
to o níquel. El pH de la solución debe ser menor de aproxima-
damente 7 ó las sales de cobalto y de níquel pueden preci-
pitarse anteriormente. Las cantidades de los materiales ca-
30 talíticamente activos en el catalizador terminado, usual-

389035 27



1 mente deben ser lo más pequeñas posibles, de acuerdo con la
actividad requerida para lograr la reacción deseada. Hablan
do en términos generales, la cantidad de cobalto y molibde-
no en el catalizador de cobalto y molibdeno quedará dentro
5 de la escala de: Cobalto como CoO -- de 1 a 5 por ciento en
peso, molibdeno como MoO_3 -- de 2 a 20 por ciento en peso.
Las cantidades de níquel y molibdeno en el catalizador de
níquel y molibdeno quedarán dentro de la escala de: Níquel
como NiO -- de 1 a 5 por ciento en peso, molibdeno como
10 MoO_3 -- de 2 a 20 por ciento en peso. Las cantidades de ní-
quel y molibdeno en el catalizador de níquel y molibdeno -
quedarán dentro de la escala de: Níquel como NiO -- de 1 a
5 por ciento en peso, Molibdeno como MoO_3 -- de 2 a 20 por
ciento en peso. Las cantidades de níquel, cobalto y molib-
15 deno en una mezcla de óxido de cobalto-molibdeno activada
con óxido de níquel, quedarán dentro de la escala de: Co-
balto como CoO más Níquel como NiO -- de 1 a 5 por ciento
en peso, molibdeno como MoO_3 -- de 2 a 20 por ciento en pe-
so. El resto del catalizador es el portador.

20 Los métodos para preparar cuatro catalizadores
diferentes apropiados para usarse en el procedimiento de
esta invención, se proporcionan a continuación. Sin embar-
go, estos métodos se presentan únicamente a modo de ilus-
tración de los catalizadores que pueden usarse para lle-
25 var a cabo de manera satisfactoria el procedimiento de hi-
dropirólisis de las reivindicaciones anexas.

CATALIZADOR Nº 1

30 Una mezcla de 45,400 kg. de alúmina hidratada
(27 por ciento de agua) y 4,086 kg. de trióxido de molib-
deno, se mezcla en seco durante aproximadamente 20 minutos.

389035



1 La alúmina hidratada consiste de proporciones aproximadamente
te iguales de beta- $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ y alfa- $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Luego,
12,031 kg. de una solución acuosa de nitrato de cobalto
5 (gravedad específica de 1,196) que contiene 0,817 kg. de
CoO se añade y la mezcla se mezcla en húmedo, durante apro-
ximadamente 10 minutos. La solución de nitrato de cobalto
se prepara disolviendo el metal de cobalto en ácido nítri-
co diluido y controlando el exceso del ácido a fin de que
10 haya presente no más de 2 por ciento de ácido libre. Luego,
se añaden 1,135 kg. de ácido nítrico (al 63 por ciento) di-
luido con agua y se continua el mezclado en húmedo. Se agre-
ga agua adicional (aproximadamente 17,03 litros) para pro-
porcionar una pasta de la consistencia apropiada para ex-
trusión. La pasta del catalizador se extruye luego a través
15 de una matriz de acero inoxidable de 4,76 mm. y las extru-
siones se calcinan durante una hora a temperatura de 204°C
una hora a temperatura de 343°C, y seis horas a temperatu-
ra de 509°C. El catalizador formado de esta manera, muestra
un análisis de 2,5 por ciento de CoO y 12,0 por ciento de
20 MoO_3 . Tiene una resistencia al aplastamiento lateral de
13,166 kg. de carga de peso muerto (CPM) y una pérdida por
abrasión de solamente 5,05 por ciento y una densidad en
volumen de 726,40 kg. por metro cúbico.

CATALIZADOR Nº 2

25 Una mezcla de 10 kg. de alúmina hidratada (27
por ciento de agua) y 0,908 kg. de trióxido de molibdeno
se mezcla en seco durante aproximadamente 20 minutos. La
alúmina hidratada consiste de proporciones aproximadamente
iguales de beta- $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ y alfa- $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$. Luego se añaden
30 91,5 ml. de una solución acuosa de nitrato de cobalto

389035



1 (gravedad específica de 1,530) y 9,75 ml de una solución
 acuosa de nitrato de níquel (gravedad específica de 1,546)
 y la mezcla se mezcla en húmedo durante aproximadamente 10
 minutos. La solución de nitrato de cobalto se preparar di-
 5 solviendo el metal de cobalto en ácido nítrico diluido y
 controlando el exceso del ácido a fin de que no haya pre-
 sente más de 2 por ciento de ácido libre. Luego, se añaden
 340 ml de ácido nítrico al 63 por ciento y se continua el
 mezclado en húmedo. Se agrega agua adicional (aproximadamen-
 10 te 910 mililitros) para proporcionar una pasta de la consis-
 tencia apropiada para extrusión. La pasta del catalizador se
 extruye luego a través de una matriz de acero inoxidable
 de 4,76 ml. y las extrusiones se calcinan durante una hora
 a temperatura de 204°C durante una hora a temperatura de
 15 343°C y durante seis horas a temperatura de 509°C. El cata-
 lizador formado de esta manera muestra un análisis de 2,33
 por ciento de CoO, 2,81 por ciento de NiO y 9,25 por cien-
 to de MoO₃.

CATALIZADOR Nº 3

20 Se prepara un catalizador extruido de cobalto-
 níquel-molibdeno-alúmina, a partir de los siguientes mate-
 riales:

	<u>Partes</u>
25 NiO (como una solución de nitrato de níquel)	37,5
CoO (como una solución de nitrato de cobalto)	50,0
MoO ₃	300
Hidrato de alúmina	2850
Acido nítrico	62,5

30 La alúmina y el trióxido de molibdeno se mezclan

389035



1 en seco juntos durante diez minutos. Las soluciones de ni-
 trato de cobalto y nitrato de níquel se añaden seguidos por
 la adición de ácido nítrico (equivalente de 2,5 por ciento
 en peso del producto acabado) y el mezclado en húmedo se
 5 continua durante un periodo de dos horas. Luego se ajusta
 la consistencia de la pasta mediante la adición de agua pa-
 ra formar un producto extruible que se extruye a través de
 una matriz de 4,76 mm. El material extruido se calcina du-
 rante una hora a temperatura de 232°C una hora a temperatu-
 10 ra de 343°C y seis horas a temperatura de 509°C. Al anali-
 zarse el catalizador se encuentra que contiene 1,9 por cien-
 to de CoO, 1,5 por ciento de NiO y 11,2 por ciento de MoO₃.

CATALIZADOR Nº 4

15 Se prepara un catalizador extruido de níquel-
 molibdeno-alúmina a partir de los siguientes materiales:

	<u>Partes</u>
NiO (como solución de nitrato de níquel)	87,5
MoO ₃	300
20 Hidrato de alúmina	2850
Acido nítrico (63 por ciento)	62,5

25 La alúmina y el trióxido de molibdeno se mez-
 clan en seco juntos durante diez minutos. La solución de
 nitrato de níquel se añade seguida por el ácido nítrico
 (equivalente de 2,5 por ciento en peso del producto acaba-
 do) y se continua el mezclado en húmedo durante un perio-
 do de dos horas. Luego se ajusta la consistencia de la pas-
 ta mediante la adición de agua para formar un producto ex-
 truible que se extruye a través de una matriz de 4,76 mm.
 30 El material extruido se calcina durante una hora a tempera-

389035 2



1 tura de 232°C, una hora a temperatura de 343°C, y seis ho-
ras a temperatura de 509°C. Al analizarse, el catalizador
se encuentra que contiene 3,4 por ciento de NiO, y 11,2
por ciento de MoO₃.

5 Los siguientes ejemplos que ilustran el procedi-
miento de hidropirólisis de esta invención se proporci-
onan con el objeto de ilustrar la invención pero no de limi-
tando la misma en su alcance. Se apreciará fácilmente por
aquellas personas expertas en el arte, que pueden hacerse
10 numerosas modificaciones en las condiciones, concentracio-
nes, cantidades relativas de los materiales y factores seme-
jantes, sin desviarse de la invención.

EJEMPLO 1

15 Un material de alimentación que consiste del re-
siduo de la destilación a temperatura de 204°C, a presión
de 25 mm. de mercurio de etilbenceno crudo de la alquila-
ción catalítica del benceno con etileno, se calienta a tem-
peratura de 150°C, y se bombea hacia la parte superior de
un reactor que contiene un lecho de catalizador número 2.
20 Se introduce también nitrógeno en la parte superior del reac-
tor y se mezcla con el material de alimentación. La mezcla
del material de alimentación e hidrógeno se hace pasar a
través del catalizador a un régimen de manera tal que 0,159
kg. del material de alimentación por hora por 0,454 kg. del
25 catalizador y 0,651 metros cúbicos normales de hidrógeno
por 0,454 kg. de material de alimentación pasan a través
del reactor. La temperatura promedio del catalizador es de
427°C y cualquier calor requerido para mantener el catali-
zador hasta esa temperatura, que no se proporcione mediante
30 el calor de la reacción se suministra mediante elementos



1 de calentamiento eléctricos alrededor de la caja del catali-
zador. La presión total dentro del reactor es de 10,545 kg.
por cm² manométrica. El producto de reacción se quita del
5 reactor a un régimen tal que la presión dentro del reactor
se mantiene al nivel anteriormente citado.

El producto representa el 70 por ciento en peso
del contenido de hidrocarburo del material de alimentación.

10 El producto se desgasifica y se destila por frac-
cionamiento hasta temperatura de 165°C a 760 mm. de mercu-
rio. La cantidad del destilado es de 75 por ciento en peso
del producto.

EJEMPLO 2

15 Se repite el procedimiento del ejemplo 1 con la
excepción de que el régimen de alimentación es de 0,182 kg.
del material de alimentación por hora por 0,454 kg. del ca-
talizador, la cantidad de hidrógeno es de 0,738 metros cú-
bicos normales por 0,454 kg. del material de alimentación
la temperatura promedio del catalizador es de 515°C. y la
20 presión total dentro del reactor es de 17,575 kg. por cm²
manométrica.

El producto representa el 74 por ciento del conte-
nido de hidrocarburo del material de alimentación.

EJEMPLO 3

25 Se repite el procedimiento del ejemplo 1, con la
excepción de que el régimen de alimentación es de 0,363 kg.
del material de alimentación por hora por 0,454 kg. de ca-
talizador. La cantidad del hidrógeno es de 0,849 metros
cúbicos normales por 0,454 kg. del material de alimenta-
ción, la temperatura promedio del catalizador es de 538°C,
30 y la presión total dentro del reactor es de 21,090 kg. por

389035



1 cm2 manométrica.

El producto representa 79 por ciento del contenido de hidrocarburo del material de alimentación.

EJEMPLO 4

5 Se repite el procedimiento del ejemplo 1 con la excepción de que el régimen de alimentación es de 0,908 kg. del material de alimentación por hora por 0,454 kg. del catalizador, la cantidad de hidrógeno es de 0,849 metros cúbicos normales por 0,454 kg. del material de alimentación, la temperatura promedio del catalizador es de 593°C y la presión total dentro del reactor es de 21,090 kg. por cm2 manométrica. El producto representa 79 por ciento del contenido de hidrocarburo del material de alimentación.

EJEMPLO 5

15 Se repite el procedimiento del ejemplo 1 con la excepción de que el régimen de alimentación es de 0,990 metros cúbicos normales por 0,454 kg. del material de alimentación, la temperatura promedio del catalizador es de 607°C y la presión total dentro del reactor es de 31,636 kg. por cm2 manométrica.

20 El producto representa 82 por ciento del contenido de hidrocarburo del material de alimentación.

EJEMPLO 6

25 Se repite el procedimiento del ejemplo 1 con la excepción de que el régimen es de 2,043 kg. del material de alimentación por hora por 0,454 kg. del catalizador la cantidad de hidrógeno es de 1,075 metros cúbicos normales por 0,454 kg. de material de alimentación, la temperatura promedio del catalizador es de 676°C, y la presión total dentro del reactor es de 45,695 kg. por cm2 manométrica.

30

389035



1

El producto representa 86 por ciento del contenido de hidrocarburo del material de alimentación.

Las composiciones de los destilados de los ejemplos 1 a 6, se proporcionan en el Cuadro 1.

5

CUADRO 1

Ejemplos números

10

15

	1	2	3	4	5	6
Destilado	75,3%	78,4%	80%	80,5%	82,6%	86,2%
Residuo	24,7%	21,6%	20%	19,5%	17,4%	23,8%
Benceno	5	81	8	7,5	8	6
Tolueno	10	12	12,5	11,5	12	11
Etilbenceno	30	39	38,5	37	39	32
Intermedios	10	10	11	11,5	11	13
Dietilbenceno	15	18	17	16	15,5	13
Bencenos polialquilados	30	13	13	16,5	14,5	25

EJEMPLO 7

20

25

Se repite el procedimiento del ejemplo 1, con la excepción de que se usa el catalizador número 1, el régimen de alimentación es de 0,590 kg. de material de alimentación por hora por 0,454 kg. del catalizador, pasan a través del reactor 0,849 metros cúbicos normales de hidrógeno por 0,454 kg. del material de alimentación, la temperatura promedio del catalizador es de 593°C y la presión total dentro del reactor es de 21,090 kg. por cm² manométrica.

El producto representa 76 por ciento del contenido de hidrocarburo del material de alimentación.

EJEMPLO 8

30

Se repite el procedimiento del ejemplo 1 con la excepción de que se usa el catalizador número 1, la tempe

389035

27



1 ratura promedio del catalizador es de 593°C, el régimen
de alimentación es de 0,772 kg. de material de alimentación
por hora por 0,454 kg. de catalizador, se hacen pasar a tra
vés del reactor 0,906 metros cúbicos normales de hidrógeno
5 por 0,454 kg. del material de alimentación y la presión to
tal dentro del reactor es de 21,090 kg. por cm² manométrica.

El producto representa 78 por ciento del contenido de hidrocarburo del material de alimentación.

10

EJEMPLO 9

15

Se repite el procedimiento del ejemplo 1 con la excepción de que se usa el catalizador nº 3, el régimen de alimentación es de 0,454 kg. de material de alimentación por hora por 0,454 kg. del catalizador, pasan a través del reactor 1,132 metros cúbicos normales de hidrógeno por 0,454 kg. de material de alimentación, la temperatura promedio del catalizador es de 649°C y la presión total en el reactor es de 10,545 kg. por cm² manométrica.

20

El producto representa el 69 por ciento del contenido de hidrocarburo del material de alimentación.

EJEMPLO 10

25

Se repite el procedimiento del ejemplo 1 con la excepción de que se usa el catalizador número 3. El régimen de alimentación es de 0,454 kg. de material de alimentación por hora por 0,454 kg. de catalizador, se hace pasar a través del reactor 1,132 metros cúbicos normales de hidrógeno por 0,454 kg. de material de alimentación, la temperatura promedio del catalizador es de 649°C y la presión total en el reactor es de 21,090 kg. por cm² manométrica.

30

389035²⁷



1

El producto representa 72 por ciento del contenido de hidrocarburo del material de alimentación.

EJEMPLO 11

5

Se repite el procedimiento del ejemplo 1 con la excepción de que se usó el catalizador número 4. El régimen de alimentación es de 0,227 kg. de material de alimentación por 0,454 kg. de catalizador por hora y se hacen pasar a través del reactor 0,849 metros cúbicos normales de hidrocarburo por 0,454 kg. de material de alimentación, la temperatura promedio del catalizador es de 621°C y la presión total en el reactor es de 10,545 kg. por cm² manométrica.

10

El producto representa 63 por ciento del contenido de hidrocarburo del material de alimentación.

15

EJEMPLO 12

20

Se repite el procedimiento del ejemplo 1 con la excepción de que se usa el catalizador número 4, el régimen de alimentación es de 0,681 kg. de material de alimentación por 0,454 kg. de catalizador, por hora, y se hacen pasar a través del reactor 0,849 metros cúbicos normales de hidrocarburo por 0,454 kg. del material de alimentación, la temperatura promedio del catalizador es de 621°C y la presión total en el reactor es de 21,090 kg. por cm² manométrica.

25

El producto representa 65 por ciento del contenido de hidrocarburo del material de alimentación.

Las composiciones de los destilados de los ejemplos 7 a 12 se proporcionan en el cuadro 2.

30

389035 2



CUADRO 2

Ejemplos números

	7	8	9	10	11	12
Destilado	78,8%	80,2%	74,5%	77,5%	80%	81,5%
Residuo	21,2%	19,8%	25,5%	22,5%	20%	28,5%

Composicion del destilado en % del producto total

Benceno	6	5,5	6,5	7,5	8,5	9,0
Tolueno	9	8,5	10,5	11,0	7,5	8,5
Etilbenceno	41	44	31	34	26	29,5
Intermedios	9,5	8,5	10,0	10,5	14	14,5
Dietilbenceno	15,5	14,5	16	15	12	12,5
Bencenos polialquilados	19	19	26	22	32	26

Los intermedios contienen xilenos y metiletilbencenos que hierven a través de una escala de temperatura estrecha. Los bencenos polialquilados tienen por lo menos tres grupos de alquilo. Ambas de estas fracciones pueden hacerse recircular hacia el reactor.

Las descripciones anteriores y particularmente los ejemplos se dan a conocer a modo de ilustración únicamente. Pueden hacerse varios cambios y modificaciones en el procedimiento novedoso tal y como se describe en la presente como se hará evidente para aquellas personas expertas en el arte, sin desviarse del espíritu y alcance de la invención dada a conocer en la presente.

En resumen, la patente de invención que se solicita recaerá sobre las siguientes:



389035

REIVINDICACIONES

1

1. Un procedimiento para la recuperación de hidrocarburos aromáticos valiosos a partir de un material de alimentación de residuo de destilación de etilbenceno hidropirolizado que contiene polialquilbencenos, difenilo y compuestos aromáticos de anillo fundido, caracterizado por hacer pasar una mezcla del material de alimentación e hidrógeno a través de un lecho de catalizador de hidropirolización.

5

10

(a) la cantidad de hidrógeno es suficiente para saturar cualquier hidrocarburo no saturado que resulte de la pirolización de los componentes del material de alimentación,

13

(b) hacer pasar el material de alimentación a través del lecho del catalizador a un régimen de aproximadamente 0,136 a 1,589 kilogramos por 0,454 kilogramos de catalizador por hora,

20

(c) mantener la temperatura del lecho del catalizador dentro de la escala de aproximadamente 427°C., a aproximadamente 704°C., y

25

(d) mantener la presión del material de alimentación y el hidrógeno dentro de la escala de aproximadamente 10,545 a 49,210 kilogramos por centímetro cuadrado manométrica.

30

2. Un procedimiento de conformidad con lo reivindicado en la reivindicación 1, caracterizado en que el material de alimentación se hace pasar a través del lecho de catalizador a un régimen de aproximadamente 0,159 a aproximadamente 0,681 kilogramos de material de alimentación por 0,454 kilogramos de catalizador por hora, la cantidad

-22 -
389035.27



1 de hidrógeno es de aproximadamente 0,640 a aproximadamente
1,132 metros cúbicos normales de hidrógeno por 0,454 kilo-
gramos de material de alimentación el catalizador está a tem-
peratura dentro de la escala de 538°C., a aproximadamente
5 649°C., y la presión queda dentro de la escala de aproxi-
madamente 14,060 a 28,120 kilogramos por centímetro cuadra-
do manométrica.

3. Un procedimiento de conformidad con lo reivindi-
cado en la reivindicación 1, caracterizado en que el cata-
lizador consiste de óxidos de cobalto, níquel y molibdeno
10 sobre un portador de alúmina y la relación atómica de cobal-
to más níquel a molibdeno queda dentro de la escala de 1 a
5 hasta 1 a 1.

4. Un procedimiento de conformidad con lo reivindi-
15 cado en la reivindicación 1, caracterizado en que el cata-
lizador consiste de óxidos de cobalto y molibdeno sobre un
portador de alúmina y la relación atómica de cobalto a mo-
libdeno queda dentro de la escala de 1 a 5 a 1 a 1.

5. Un procedimiento de conformidad con lo reivindi-
20 cado en la reivindicación 1, caracterizado en que el cata-
lizador consiste de óxidos de níquel y molibdeno sobre un
portador de alúmina y la relación atómica de níquel a molib-
deno queda dentro de la escala de 1 a 5 a 1 a 1.

6. Un procedimiento de conformidad con lo reivindi-
25 cado en la reivindicación 1, caracterizado en que el cata-
lizador consiste de óxidos de cobalto, níquel y molibdeno
sobre un portador de alúmina en donde la cantidad de cobal-
to como CoO más el níquel como NiO queda dentro de la esca-
la de aproximadamente 1 a 5 por ciento en peso, la cantidad
de molibdeno como MoD_3 queda dentro de la escala de aproxi-
30

389035



1 madamente 2 a 50 por ciento en peso siendo el resto alúmina.

5 7. Un procedimiento de conformidad con lo reivindicado en la reivindicación 1, caracterizado en que el catalizador consiste de óxidos de cobalto y molibdeno sobre un portador de alúmina, en donde la cantidad de cobalto como CoO queda dentro de la escala de aproximadamente 1 a 5 por ciento en peso, el molibdeno como MoO_3 queda dentro de la escala de aproximadamente 2 a 50 por ciento en peso siendo el resto alúmina.

10 8. Un procedimiento de conformidad con lo reivindicado en la reivindicación 1, caracterizado en que el catalizador consiste de óxidos de níquel y molibdeno sobre un portador de alúmina en donde el níquel como NiO está presente en una cantidad dentro de la escala de aproximadamente 1 a 5 por ciento en peso, el molibdeno como MoO_3 está presente en una cantidad de aproximadamente 2 a 20 por ciento en peso, siendo el resto alúmina.

15 9. Un procedimiento de conformidad con lo reivindicado en cualquiera de las reivindicaciones que anteceden, caracterizado en que el residuo de la destilación de la hidropirolización se piroliza adicionalmente.

20 10. Un procedimiento de conformidad con lo reivindicado en la reivindicación 9, caracterizado en que el residuo de la destilación de la hidropirolización consiste de materiales poliméricos.

25 30 11. Un procedimiento para la recuperación de hidrocarburos aromáticos valiosos a partir de un material de alimentación de residuo de destilación de etilbenceno hidropirolizado que contiene materiales poliméricos, caracterizado por hacer pasar una mezcla del material de alimentación e hi

389035



1 drógeno a través de un lecho de catalizador de hidropirolizaci^on,

5 (a) la cantidad de hidrógeno es suficiente para saturar cualquier hidrocarburo no saturado que resulte de la pirolizaci^on de los componentes del material de alimentaci^on,

10 (b) hacer pasar el material de alimentaci^on a través del lecho del catalizador a un régimen de aproximadamente 0,0136 a 1,589 kg. por 0,454 kg. de catalizador por hora,

(c) mantener la temperatura del lecho del catalizador dentro de la escala de aproximadamente 427°C a aproximadamente 704°C., y

15 (d) mantener la presi^on del material de alimentaci^on y el hidrógeno dentro de la escala de aproximadamente 10,545 a 49,210 kg. por centímetro cuadrado manométrica.

20 12. Un procedimiento para hidropirolizar un material de alimentaci^on que comprende por lo menos un miembro seleccionado de polialquilbencenos, difenilo y compuestos aromáticos de anillo fundido y materiales poliméricos saturados, caracterizado por hacer pasar el material de alimentaci^on a través de un lecho de catalizador de hidropirolizaci^on mezclado con suficiente hidrógeno para saturar cualquier residuo hidrocarburo que resulte de la pirolizaci^on de los componentes del material de alimentaci^on a un régimen de aproximadamente 0,136 a aproximadamente 1,589 kg. por 0,454 kg. de catalizador por hora, manteniéndose la temperatura del lecho del catalizador dentro de la escala de aproximadamente 427°C a aproximadamente 704°C y man-

25

30



1

teniéndose la presión del material de alimentación e hidrógeno dentro de la escala de aproximadamente 10,545 a 49,210 kg. por cm2 manométrica.

5

13. Se reivindica por último como objeto sobre el que ha de recaer la patente de invención que se solicita: UN PROCEDIMIENTO PARA LA RECUPERACION DE HIDROCARBUROS.

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la presente memoria descriptiva que consta de veinticinco páginas mecanografiadas.

10

Madrid, 9 marzo 1.971

BERNARDO UNGRIA

P.P.

15

20

25

30