

403888

P.- 51.166

Case 1463

-3



403888

MEMORIA DESCRIPTIVA

SECCION TECNICA
CLASIFICACION I. P. C
CLASE _____
SUBCLASE _____

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de UNIVERSAL OIL PRODUCTS COMPANY

entidad norteamericana

Int. Cl. B 01 D // C07e
-------------------------

con domicilio en Ten UOP Plaza, Algonquin & Mt. Prospect  
Roads, Des Plaines, Illinois, Estados  
Unidos de América.

Por: "UN PROCEDIMIENTO MEJORADO DE DESTILACION EXTRACTI-  
VA" (Clase Internacional B01d)

23.6.72

- 1 -

403888



La presente invención se refiere a la destilación extractiva y recuperación de hidrocarburos aromáticos de una mezcla de hidrocarburos aromáticos y no aromáticos. Más específicamente la presente invención se refiere a un método para controlar la cantidad de compuestos aromáticos perdida en el producto refinado no aromático separado de una columna de destilación extractiva, en particular cuando se utiliza sulfolano.

Los procedimientos convencionales para la recuperación de hidrocarburos aromáticos de elevada pureza tales como benceno, tolueno y xilenos (BTX) partiendo de diversos materiales de alimentación hidrocarbonados que incluyen reformados catalíticos, gasolinas de pirólisis hidrogenadas y diversas fracciones selectivas de estas fuentes de compuestos aromáticos, emplean un disolvente para separar hidrocarburos aromáticos de hidrocarburos no aromáticos. Típicamente una alimentación de hidrocarburo se pone en contacto primeramente, en una zona de extracción con disolventes, con un disolvente que puede contener agua para mejorar su selectividad, el cual disuelve los componentes aromáticos de la alimentación, formando con ello una fase de refinado (que comprende uno o más hidrocarburos no aromáticos y una pequeña cantidad de hidrocarburos aromáticos) y una fase de extracto (que comprende disolvente que contiene, disuelto en él, un hidrocarburo aromático).

403888



Los compuestos aromáticos existentes en el extracto puede recuperarse por destilación produciendo un destilado de cabezas de la columna de destilación, que contiene los compuestos aromáticos, y una fracción de colas de disolvente que puede volver a utilizarse en la zona de extracción con disolventes. Con frecuencia, la fase de extractos se somete a destilación extractiva (es decir arrastre con vapor extractivo) para separar del extracto cantidades contaminantes de hidrocarburos no aromáticos.

Quando se trata una mezcla de hidrocarburos aromáticos y no aromáticos de intervalo de ebullición estrecho o pequeño intervalo de número de átomos de carbono, los hidrocarburos aromáticos pueden recuperarse haciendo pasar directamente la alimentación aromática a una zona de destilación extractiva. De esta manera se elimina la etapa preliminar de extracción con disolvente de la fase líquida. En esta modalidad de operación, se ponen en contacto una alimentación hidrocarbonada y un disolvente formando una corriente de extracto rica en compuestos aromáticos y unas cabezas de refinado. Para hacer máxima la recuperación de compuestos aromáticos, es nece

23.6.72

403888



sario reducir al mínimo la pérdida de hidrocarburos aromáticos del refinado recuperado de las cabezas de la columna. Cuando se utiliza un disolvente selectivo de compuestos aromáticos que contiene agua, frecuentemente se separa el disolvente selectivo de compuestos aromáticos en las cabezas en mezcla con el refinado. Estas pérdidas de disolvente se controlan lavando con agua el refinado para recuperar disolvente en forma de solución acuosa. El disolvente se recupera más tarde en una zona de arrastre con vapor de agua, mediante arrastre con vapor del agua del disolvente. El disolvente contenido en el extracto se recupera haciendo pasar la mezcla de compuesto aromático-disolvente a una columna de fraccionamiento para recuperar disolvente, en la que el disolvente agotado se recupera y devuelve a la zona de destilación extractiva.

Puede recuperarse el disolvente separado de las cabezas en la corriente de refinado no aromático producida en la zona de destilación extractiva. Sin embargo, ya que los hidrocarburos aromáticos y no aromáticos son miscibles y no pueden separarse por lavado con agua, se pierden aquellos hidrocarburos aromáticos separados de las cabezas con el refinado. Esta pérdida de compuestos aromá-

23.6.72

403888



ticos hace disminuir la eficacia global de un procedimiento dado de destilación extractiva.

Un objeto de esta invención es proporcionar un método para controlar las cantidades de hidrocarburos aromáticos separados en el refinado no aromático recuperado de una zona de destilación extractiva, en particular cuando se utiliza como disolvente, disolvente de sulfolano.

Por consiguiente, la presente invención proporciona en un procedimiento de destilación extractiva para la separación de hidrocarburos aromáticos de una mezcla de hidrocarburos aromáticos y no aromáticos en el que se pone en contacto disolvente caliente con dicha mezcla en una zona de destilación extractiva produciendo una corriente de extracto rica en compuestos aromáticos y unas cabezas de refinado no aromático, y se proporciona una zona de arrastre con vapor de agua mantenida a una presión determinada previamente en la que se separa agua de una corriente acuosa diluida que contiene disolvente, que comprende la mejora de controlar la cantidad de hidrocarburos aromáticos separados en las cabezas de refinado no aromático: (i) haciendo pasar una parte al menos de dicho disolvente caliente a un rehervidor situado en dicha zona de arrastre con vapor de

23.6.72

403888



agua para vaporizar una parte al menos de dicha corriente acuosa diluida que contiene disolvente y enfriar dicho disolvente caliente; y (ii) haciendo pasar una parte al menos del disolvente en  
5 friado producido en la etapa (i) a la porción superior de dicha zona de destilación extractiva.

En una realización más limitada, el refinado no aromático que comprende hidrocarburos, disolvente y agua se separa en una fase vapor y  
10 se condensa, y una parte al menos del agua condensada se hace pasar como reflujo a la porción superior de la zona de destilación extractiva. Preferiblemente, este reflujo de agua se utiliza sólo cuando la cantidad de hidrocarburos aromáticos  
15 separada en el refinado excede de un nivel determinado previamente.

Otros objetos y realizaciones se encontrarán en la descripción más detallada de la presente invención que figura seguidamente.

20 Los materiales de alimentación adecuados para el empleo en la práctica de esta invención incluyen mezclas líquidas de hidrocarburos que tienen al menos 15% y de preferencia al menos 25% en peso de hidrocarburos aromáticos y tanto como 95% en peso. Un intervalo de número de átomos  
25

23.6.72

403888



de carbono adecuado para el material de alimentación es el comprendido entre 6 átomos de carbono por molécula y unos 20 átomos de carbono por molécula, y de preferencia aproximadamente, entre 6 y 10 átomos de carbono por molécula. Una fuente de material de alimentación preferida es un reformado catalítico. Otro material de alimentación satisfactorio es el subproducto líquido procedente de una unidad de gasolina de pirólisis que ha sido tratada con hidrógeno para saturar las olefinas y diolefinas. Un reformado catalítico típico contiene hidrocarburos aromáticos monocíclicos que incluyen benceno, tolueno y xilenos en mezcla con las parafinas y naftenos de zona de ebullición correspondiente. Los hidrocarburos aromáticos monocíclicos han de recuperarse del reformado.

Los disolventes incluidos dentro de la extensión de la presente invención son aquellos disolventes que muestran tendencia a disolver selectivamente hidrocarburos aromáticos cuando los hidrocarburos aromáticos están contenidos en una mezcla no aromática. El disolvente preferido es un disolvente del tipo de sulfolano. Este disolvente es un artículo conocido del comercio y posee típicamente un anillo pentagonal que contiene 1 átomo de azufre y 4 átomos de carbono, con 2 átomos de oxígeno unidos al átomo de

26.6.72

403888



azufre del anillo.

Otros disolventes que tienen una elevada selectividad para separar hidrocarburos aromáticos de hidrocarburos no aromáticos, incluidos en la práctica de esta invención con los sulfolenos tales como 2-sulfoleno y 3-sulfoleno, 2-metil-sulfolano, 2,4-dimetil-sulfolano, metil-2-sulfoniléter, n-aril-3-sulfonilamina, 2-sulfonilacetato, dietilenglicol, diversos polietilenglicoles, dipropilenglicol, diversos polipropilenglicoles, dimetilsulfóxido, N-metilpirrolidona, glicol-aminas, N-metil-2-pirrolidona, una mezcla de N-metil-2-pirrolidona-etilenglicol, y diversas mezclas de los compuestos anteriores. Como se ha indicado, el disolvente específicamente preferido para emplear en la práctica de la presente invención es el sulfolano. También se prefiere una mezcla de N-metil-2-pirrolidona.

Ya que la selectividad aromática de un disolvente puede mejorarse mediante la adición de agua al disolvente, el disolvente preferido utilizado en la práctica de esta invención contiene pequeñas cantidades de agua para aumentar su selectividad para los hidrocarburos aromáticos sin disminuir sustancialmente su capacidad para

23.6.72

403888



compuestos aromáticos. La presencia de agua en la  
composición de disolvente proporciona también un ma-  
terial relativamente volátil que se destila del disol-  
vente en la zona de destilación extractiva para ayu-  
5 dar a arrastrar los últimos indicios de hidrocarburos  
aromáticos del disolvente. La composición de la pre-  
sente invención contiene preferiblemente de 0,5 a 20%  
en peso aproximadamente de agua, preferiblemente de  
2 a 10% en peso aproximadamente de agua, según sea  
10 el disolvente particular utilizado y las condiciones  
operatorias para la destilación extractiva.

La destilación extractiva es bien co-  
nocida. Para abreviar, la discusión se limitará, en  
general, a un disolvente del tipo del sulfolano, en  
15 particular el sulfolano, y no se hace con ello inten-  
to alguno de limitar indebidamente la extensión de esta  
invención a estas especies de disolventes.

Hablando en términos generales, las  
condiciones de la destilación extractiva para sepa-  
20 rar hidrocarburos aromáticos de hidrocarburos no aro-  
máticos incluyen presiones bajas y temperaturas al-  
tas para vaporizar los hidrocarburos no aromáticos,  
proporcionando con ello una fracción principalmente  
no aromática que contiene compuestos no aromáticos,  
25 una cantidad menor de hidrocarburos aromáticos, di-

23.6.72



solvente y agua. Es el intento específico de esta invención limitar la cantidad de hidrocarburos aromáticos separada en la fracción no aromática recuperada en la columna de destilación extractiva.

5 También se proporciona una fracción procedente de colas relativamente exenta de compuestos aromáticos que contiene hidrocarburos aromáticos y disolvente. Típicamente, esta fracción de colas contiene menos de 1.000 ppm y preferiblemente menos de 500  
10 ppm. en peso de hidrocarburos no aromáticos.

Las condiciones operatorias típicas en la columna de destilación extractiva cuando se utiliza un disolvente de sulfolano, incluyen una presión comprendida entre unos 90mm. de Hg. absolutos y 3,7 atm. man., una temperatura de cabezas de unos 54 a 166°C y una temperatura de colas de unos  
15 77 a 180°C. Las proporciones de disolvente de sulfolano a alimentación pueden variar entre 1:1 y 20:1 aproximadamente, según sea la presión, temperatura y composición de la alimentación. La proporción, al tratar una alimentación de intervalo de  
20 C a C, está comprendida entre 2:1 y 6:1 aproximadamente. Una descripción más detallada de un procedimiento de destilación extractiva utilizando un  
25 disolvente de sulfolano puede encontrarse en

23.6.72

403888

-3 JU



Petroleum Refiner, Septiembre de 1.959, Vol. 38, Nº 9,  
páginas 185 a 192. La destilación extractiva pro-  
porciona una corriente líquida de extracto "rica" o  
que contiene compuestos aromáticos, relativamente  
5 exenta de hidrocarburos no aromáticos que comprende  
sulfolano e hidrocarburos aromáticos disueltos. Tam-  
bién se produce una corriente de refinado al estado  
de vapor que comprende hidrocarburos no aromáticos,  
agua (vapor) y una pequeña cantidad de sulfolano.  
10 Se encuentra presente el agua debido al agua con-  
tenida en el disolvente de sulfolano." Las cabezas  
al estado de vapor contienen también una pequeña  
cantidad de hidrocarburos aromáticos, lo que repre-  
senta una pérdida de hidrocarburos aromáticos del  
15 procedimiento. La esencia de esta invención resi-  
de en controlar la cantidad de hidrocarburos aromá-  
ticos, perdida en esta corriente de cabezas. La  
pérdida permitida viene dictada por el aspecto eco-  
nómico de cada unidad y cada alimentación. En ge-  
20 neral, se desea recuperar más del 95% de los com-  
puestos aromáticos existentes en la alimentación.  
Reduciendo las pérdidas de compuestos aromáticos  
se reducirá asimismo la cantidad de sulfolano sepa-  
rada con el refinado. El refinado en estado de va-  
25 por se enfria y condensa. Al efectuarse la conden-

23.6.72

403888



sación se forman dos fases líquidas, una fase de hidrocarburos que contiene pequeñas cantidades de sulfolano y una primera fase acuosa que contiene también una pequeña cantidad de sulfolano. El sulfolano en la fase de hidrocarburo se separa lavando con agua el refinado por medios convencionales tales como una columna de relleno o un contactor de platillo giratorio. Preferiblemente el agua de lavado es agua exenta de sulfolano recogida de una columna de recuperación de disolvente descrita más adelante. El lavado con agua proporciona un producto refinado exento de sulfolano (es decir, menos de 10 ppm de disolvente) y una segunda corriente acuosa que comprende agua y sulfolano. El sulfolano contenido en las primera y segunda corrientes acuosas citadas se recupera en una zona de arrastre con vapor de agua descrita más tarde.

Los hidrocarburos aromáticos contenidos en el extracto procedente de la columna de destilación extractiva se recuperan en una columna de recuperación de disolvente. Esta columna usa arrastre con vapor para ayudar a la separación de hidrocarburos aromáticos del disolvente. La presión y temperatura se fijan para destilar las cabezas de hidrocarburos aromáticos. Se utilizan presiones de

23.6.72

403888 -3 JU



5 cabezas de unos 100 a 400 mm de Hg. absolutos y temperaturas de colas de unos 121 a 260°C, cuando el disolvente es sulfolano. Se produce una fracción de cabezas de agua y compuestos aromáticos, exenta de disolvente, que por condensación proporciona un producto de extracto final. El agua se recupera y se usa típicamente en la columna de lavado de refinado.

10 La pérdida descrita de compuestos aromáticos de una columna de destilación extractiva es un problema reconocido continuamente por la técnica. La cantidad exacta de esta pérdida viene determinada por el tamaño de la columna de destilación extractiva, las condiciones de tratamiento utilizadas y el rendimiento y pureza del producto deseados.

15 El problema de la pérdida de compuestos aromáticos en las cabezas en unidades de tipo de sulfolano, es particularmente molesto de resolver cuando se tratan materiales de alimentación hidrocarbonados que contienen cantidades grandes de compuestos aromáticos, por ejemplo 80% en peso o más. Las pérdidas de compuestos aromáticos provienen de intentar alcanzar la miscibilidad completa del disolvente en todos los platos de la zona de destilación extractiva. En procedimientos de destilación convencionales, las

20

25 pérdidas de componentes de punto de ebullición más al-

23.6.72

403888



to como vapor de cabezas se controlan fácilmente ca-  
lentando a reflujo una parte de las cabezas después  
de enfriamiento y condensación. Sin embargo, en la  
destilación extractiva tal como la del tipo de sul-  
folano, el calentamiento a reflujo del refinado de  
7 hidrocarburo tiene tendencia a ocasionar la forma-  
ción de fases (dos fases líquidas) dentro de la co-  
lumna de destilación extractiva, trastornando con  
ello el balance térmico y el funcionamiento de la  
10 columna. Este es un problema particular cuando se  
tratan materiales de alimentación muy aromáticos.

Se ha descubierto ahora un modo de  
resolver el problema de la pérdida de compuestos  
aromáticos. La solución es el control muy preciso  
15 de la temperatura del disolvente agotado hecho pasar  
a la sección superior de la columna de destilación  
extractiva. Eligiendo una temperatura adecuada,  
el disolvente agotado que entra actúa como un po-  
zo de calor ocasionado el reflujo interno. Sin  
20 embargo, debe controlarse la temperatura del di-  
solvente dentro de un intervalo relativamente es-  
trecho para evitar la contaminación del extracto  
con compuestos no aromáticos o la formación de fa-  
ses líquidas diferentes dentro de la columna de  
25 destilación extractiva.

23.6.72

403888 -3



En la práctica real, el disolvente agotado se recoge desde la base de una columna de recuperación de disolvente a temperatura elevada, típicamente unos 121 a 204°C. El disolvente caliente debe enfriarse antes de que entre en la columna de destilación extractiva. El intercambio de calor del disolvente con aire o agua de refrigeración, puede ocasionar, debido a variaciones en las condiciones atmosféricas, una fluctuación grande en la temperatura del disolvente que entra en la columna. Por tanto no habría un control eficaz de las pérdidas de compuestos aromáticos desde la columna.

En la presente invención, la temperatura del disolvente agotado hecho pasar a la columna de destilación extractiva se controla utilizando disolvente caliente como medio de calentamiento para calentar la columna que recupera sulfolano de una corriente acuosa diluida. En particular, una parte al menos del disolvente agotado caliente procedente de la columna de recuperación de disolvente transfiere calor a una columna de arrastre con vapor de agua en la que una parte al menos del agua procedente de la columna de lavado del refinado y una parte al menos del agua procedente de la corriente de refinado de cabezas de la columna de destilación extractiva condensada, se vaporiza.

23.6.72

403888

1-3 JUL 1972



riza para recuperar sulfolano. Más particularmente, el agua se convierte en vapor y se usa como medio de arrastre con vapor de agua dentro de la columna de recuperación de disolvente.

5 Las condiciones en la columna de arrastre con vapor de agua son convencionales e incluyen una temperatura y una presión suficientes para vaporizar al menos parte del agua. Preferiblemente, se mantienen en la sección de la base de la columna de  
10 arrastre con vapor de agua una presión inferior a la atmosférica, unos 300 a 760 mm.<sup>hg.</sup> de Hg. absolutos, y una temperatura de unos 82 a 121°C.

Para controlar adicionalmente la pérdida de compuestos aromáticos en las cabezas de refina  
15 do, una parte del agua recuperada de dichas cabezas de la columna de destilación extractiva puede hacerse refluir de nuevo a esta columna. Aún cuando la cantidad exacta de agua puede variar según el material de alimentación y la recuperación pretendida, se  
20 prefiere hacer refluir de 25% aproximadamente a 75% aproximadamente del agua condensada. En particular se prefiere que este reflujo sea iniciado solo cuando las pérdidas de compuestos aromáticos excede de un nivel previamente determinado.

25 Una solución acuosa diluida de sulfolano

23.6.72

403888

#3 .U



proporciona una mezcla de punto de ebullición relativamente constante, cuando el calor intercambiado con disolvente agotado, caliente, proporciona un control uniforme de temperatura sobre el disolvente agotado hecho pasar desde la columna de recuperación de disolvente a la columna de destilación extractiva. Se proporciona una técnica de control de temperatura independiente de las fluctuaciones de la temperatura ambiente ya que la temperatura en el interior de la columna de arrastre con vapor de agua se mantiene fácilmente dentro de un intervalo muy estrecho, simplemente controlando la presión en la columna. Además, las soluciones diluidas de disolvente no son muy sensibles a los cambios de composición. Por consiguiente, la temperatura de la corriente de disolvente agotado a la columna de destilación extractiva se controla enfriando una parte al menos del disolvente caliente en el rehervidor del separador por arrastre con vapor de agua. El grado exacto de enfriamiento se mantiene con facilidad o bien sobre-enfriando disolvente caliente, proporcionándose el control exacto mezclando disolvente caliente adicional con disolvente enfriado, o variando la presión en la columna de desorción de agua, o combinando ambas cosas siempre y cuando las pérdidas de compuestos aromáticos

23.6.72



en las cabezas de refinado exceden de un nivel determinado previamente.

La presente invención puede ilustrarse y describirse con la mayor claridad haciendo referencia al diagrama esquemático que se acompaña, que  
5 ilustra la recuperación de hidrocarburos aromáticos a partir de un reformado catalítico.

Se mezcla una corriente de alimentación de hidrocarburos de  $C_8$  que procede de un reformado catalítico, que contiene aproximadamente 10% de  
10 compuestos no aromáticos (parafinas y naftenos) y aproximadamente 90% de hidrocarburos aromáticos, de los que más de 90% son de  $C_8$ , que entra por la tubería 1, con disolvente húmedo o de relleno que entra  
15 por la tubería 2 y se hace pasar por la tubería 3 a la columna de destilación extractiva 4. La columna de destilación extractiva 4 es convencional. Sulfolano, a una temperatura especificada, entra en la parte superior de la columna de destilación extractiva 4 a través de la tubería 5 y se pone en contacto con la alimentación de hidrocarburo que entra a  
20 través de la tubería 3. Las cabezas separadas de la columna de destilación extractiva 4 por la tubería 6 es una corriente de refinado al estado de vapor que  
25 contiene casi la totalidad de los hidrocarburos no

23.6.72

403888

-3 JUL 1972



aromáticos que entraron en la columna 4 y cantidades menores de hidrocarburos aromáticos y sulfolano. Los compuestos aromáticos separados de las cabezas en la columna 4 hacen disminuir la recuperación de hidrocarburos aromáticos. La presente invención controla la cantidad de pérdidas de compuestos aromáticos regulando cuidadosamente la temperatura del disolvente agotado en la tubería 5, en respuesta a la cantidad de compuestos aromáticos separados de las cabezas.

10 El refinado separado de las cabezas por la tubería 6 se condensa en medios de intercambio de calor 7 y se hace pasar al separador 8 donde se separa una corriente de hidrocarburo que contiene sulfolano y se retira por la tubería 9 y se retira  
15 una corriente de agua, que también contiene sulfolano, por la tubería 11. Se ilustra una corriente de reflujo 10 que la técnica ha utilizado para controlar las pérdidas de compuestos aromáticos dentro de la columna de destilación extractiva 4. Según el procedimiento de esta invención, los hidrocarburos no aromáticos retirados del separador 8 rara vez se hacen refluir en la columna 4, ya que su paso a éste puede conducir a fases líquidas separadas que se forman en el interior de la columna. Sin embargo, puede retirarse una parte de la corriente acuosa 11 por  
20  
25

23.6.72

403888



la tubería 12 y hacerse pasar por la tubería 10 a la parte superior de la columna de destilación extractiva 4 para ayudar a controlar las pérdidas de compuestos aromáticos separados de las cabezas.

5 Preferiblemente, este reflujo se hace pasar a la columna 4 solamente cuando la pérdida de compuestos aromáticos excede de un nivel determinado previamente.

10 El refinado de hidrocarburos no aromáticos se hace pasar a través de la tubería 9 a la parte inferior de la columna de lavado con agua 24 en la que el hidrocarburo se lava con agua que entra por la tubería 23, cuya fuente ha de describirse más adelante. Dentro de la columna de lavado con agua 24, el agua que entra y el hidrocarburo se ponen en contacto a contracorriente uno con otro y el sulfolano existente en el hidrocarburo se separa en forma de un medio acuoso diluido (es decir, aproximadamente 1 mol por ciento de sulfolano) por la tubería 26. Se separa por la tubería 25 un refinado esencialmente exento de sulfolano. El sulfolano contenido en el interior de las tuberías 26 y 11, en forma de solución acuosa diluida, se mezcla y se hace pasar a través de la tubería 27 a la zona de arrastre con vapor de agua 28 para re

23.6.72

403888

53 JUL 1972



cuperar el sulfolano.

Se separa de la base de la columna 4 a través de la tubería 13, disolvente relativamente exento de hidrocarburos no aromáticos. El extracto se hace pasar a la columna de recuperación 14 para separar los hidrocarburos aromáticos del sulfolano. La columna de recuperación 14 se somete a calentamiento por medios de calentamiento de aceite caliente 15 contenidos dentro del platillo colector de líquido 16, con vapor de agua de arrastre procedente de una fuente que se describe más tarde, que entra por la tubería 37. Las cabezas separadas de la columna de recuperación 14 por la tubería 17 constituyen una corriente aromática relativamente exenta de sulfolano. Esta corriente se mezcla con agua de compensación que entra por la tubería 18, y se condensa en medios de intercambio de calor 19. El líquido resultante se hace pasar al separador 20 en el que se recupera una corriente acuosa exenta de sulfolano y se separa por la tubería 23, haciéndola pasar a la columna de lavado de refinado 24, como el medio de lavado con agua descrito. Se separa hidrocarburo por la tubería 21 y se hace pasar una parte por la tubería 22 como reflujo a la

23.6.72

403888

FE3



parte superior de la columna de recuperación 14.

Los hidrocarburos separados del procedimiento por la tubería 21 representan al menos 98,5% de los hidrocarburos aromáticos C<sub>8</sub> hechos pasar primitivamente a la columna de destilación extractiva 4 a través de la tubería 1.

5

En una operación típica de una columna de recuperación, la presión de las cabezas es de 100 mm de Hg. absolutos y la presión de las colas es de unos 440 mm. de Hg. absolutos. Se utiliza un rehervidor de aceite caliente para que la temperatura de película del sulfolano no exceda en ningún caso de 232°C., para evitar la descomposición de sulfolano en el interior de la columna de recuperación.

10

Se separa disolvente de sulfolano agotado de la columna de recuperación 14 a través de la tubería 29 retirándose una pequeña porción del mismo por la tubería 30, se hace pasar a través de la válvula 31 y se mezcla con sulfolano enfriado en la tubería 5 por razones que se han de describir más tarde. La mayoría del disolvente, típicamente el 90%, separado de la columna de recuperación 14, se hace pasar a través de la tubería 29 al rehervidor 32. La corriente acuosa diluida en la tubería 27 se hace pasar al separador por arrastre con vapor de agua 28

15

20

25

23.6.72

403888

-3 J



para recuperar el sulfolano separado de las cabezas en la columna 4. El separador por arrastre con vapor de agua 28 se mantiene típicamente a una temperatura de cabezas de unos 96°C, una presión de cabezas de 670 mm de Hg. absolutos, una temperatura de colas de unos 100°C y una presión de colas aproximadamente igual a la atmosférica. Se separa sulfolano diluido, que contiene agua, de la parte inferior de la columna 28 a través de la tubería 34 y se lleva al rehervidor 32 para el intercambio indirecto de calor con el disolvente caliente. Así pues el circuito de transmisión de calor es desde el recipiente 28 a través de las tuberías 34 y 35 al rehervidor 32, y desde el rehervidor 32 de nuevo al recipiente 28 a través de la tubería 34. Otra porción del agua procedente de la columna 28 se hace pasar a través de las tuberías 34 y 35 al vaporizador 33. La columna de arrastre con vapor de agua 29 y el vaporizador 33 se mantienen a una temperatura relativamente constante debido a las soluciones acuosas diluidas que contienen. Esto proporciona un disipador constante de temperatura para enfriar disolvente caliente procedente de la columna de recuperación 14. En este caso, el 90% del disolvente retirado por la tubería 29 a una temperatura de unos

23.6.72

403888

10  
11  
12  
13  
14  
15  
16  
17  
18  
19  
20  
21  
22  
23  
24  
25  
26  
27  
28  
29  
30  
31  
32  
33  
34  
35  
36  
37  
38  
39  
40  
41  
42  
43  
44  
45  
46  
47  
48  
49  
50



177°C, se enfría en el rehervidor 32 hasta unos  
159°C antes de pasar al vaporizador 33. En el  
vaporizador 33 el disolvente se enfría adicional-  
mente hasta unos 121°C vaporizándose con ello la  
5 mayor parte del agua y el sulfolano procedente del  
separador por arrastre con vapor de agua 28. El  
disolvente enfriado se hace pasar después a través  
de la tubería 29 y se mezcla con el 10% restante  
de disolvente caliente proporcionando una tempera-  
10 tura final de la corriente de sulfolano de 127°C.  
cuando se trata un material de alimentación aromá-  
tico de la composición descrita, manteniendo la tem-  
peratura del disolvente agotado en 127°C, la recu-  
peración del 98,5% de compuestos aromáticos es eco-  
15 nómicamente factible. El agua y el sulfolano ca-  
lentados y/o vaporizados en el separador por arras-  
tre con vapor de agua 28, se retiran a través de la  
tubería 36 y se mezclan con el afluente del vapori-  
zador 33 procedente de la tubería 35 proporcionan-  
20 do vapor de agua de arrastre con vapor en la tubería  
37 para el funcionamiento eficaz de la columna de recupe-  
ración 14. Las cabezas del separador por arrastre con  
vapor de agua 28 por la tubería 38 constituyen una  
fracción de vapor de agua que se mezcla con el refi-  
25 nado al estado de vapor en la tubería 6.

23.6.72

403888

3 JUL



La cantidad de hidrocarburo aromá-  
tico separado de las cabezas de la columna de desti-  
lación extractiva 4 puede medirse instalando medios  
de análisis, no mostrados, en las tuberías 6, 9 ó 25.  
5 Cuando las pérdidas de compuestos aromáticos exceden  
de un nivel previamente determinado necesario para  
recuperar el 98,5% de compuestos aromáticos, una par-  
te de la corriente acuosa recuperada del refinado  
condensado de las cabezas puede hacerse refluir a la  
10 parte superior de la columna de destilación extracti-  
va 4. Además, la corriente de disolvente agotado  
puede enfriarse adicionalmente a una temperatura in-  
ferior a los 127°C. indicados. Este enfriamiento  
adicional, cuando las pérdidas de compuestos aromá-  
15 ticos exceden del valor previamente determinado, pue-  
de llevarse a cabo o bien enfriando más disolvente  
caliente, o haciendo disminuir la presión en el de-  
sorbedor de agua 28 y/o la presión en el vaporizador  
33, induciendo con ello la vaporización de una mayor  
20 parte de agua, lo que provoca el enfriamiento adicio-  
nal del disolvente de sulfolano agotado. Ya que la  
mezcla diluida de sulfolano tratada en el desorbedor  
de agua 28 y el vaporizador 33 es una mezcla de punto  
de ebullición relativamente constante, este método  
25 de controlar la temperatura de la corriente de disol-

23.6.72

403888



5      vente agotado hecha pasar a la columna de destilación extractiva es mucho más seguro que el empleo de enfriamiento con aire o agua de refrigeración, que están sometidos a fluctuaciones de temperaturas al cambiar las condiciones ambientales.

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 mejorado de destilación extractiva para la separación de hidrocarburos aromáticos de una mezcla de hidrocarburos aromáticos y no aromáticos en el que se pone en contacto disolvente caliente con dicha mezcla en una zona de destilación extractiva para producir una corriente de extracto rica en compuestos aromáticos y unas cabezas de refinado no aromático, y se proporciona una zona de arrastre con vapor de

25

23.6.72

403888

-3 J



5 agua mantenida a una presión previamente determina  
da en la que se separa agua de una corriente acuosa  
diluida que contiene disolvente, caracterizado  
porque la mejora comprende controlar la cantidad de  
hidrocarburos aromáticos separada en las cabezas de  
refinado no aromático: (i) haciendo pasar una parte  
al menos de dicho disolvente caliente a un rehervi-  
dor en dicha zona de arrastre con vapor de agua pa-  
ra vaporizar al menos una parte de dicha corriente  
10 acuosa diluida que contiene disolvente y enfriar  
dicho disolvente caliente; y (ii) haciendo pasar  
una parte al menos del disolvente enfriado produ-  
cido en la etapa (i) a una porción superior de di-  
cha zona de destilación extractiva.

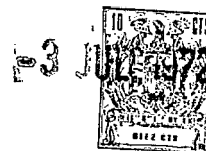
15 2.- Un procedimiento mejorado se-  
gún la reivindicación 1, en el que la presión man-  
tenida en la zona de arrastre con vapor de agua  
se disminuye cuando la cantidad de hidrocarburos  
aromáticos separada de las cabezas en la zona de  
20 destilación extractiva excede de un nivel previa-  
mente determinado, enfriando con ello adicional-  
mente el disolvente caliente y reduciendo la can-  
tidad de hidrocarburos aromáticos separada de las  
cabezas en la destilación extractiva.

25

23.6.72



403888



3.- Un procedimiento mejorado según las reivindicaciones 1 ó 2, en el que al menos una parte del disolvente caliente que no se hace pasar al rehervidor de la etapa (i) se mezcla con el disolvente enfriado de la etapa (i) y la mezcla de disolvente caliente y frío se hace pasar a la porción superior de la zona de destilación extractiva.

4.- Un procedimiento mejorado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 en el que las cabezas de refinado no aromático comprende hidrocarburos, disolvente y agua en fase vapor y en el que esta corriente de cabezas se condensa, se recupera una fase acuosa y una parte al menos de dicha fase acuosa se hace pasar, como reflujo, a la porción superior de la zona de destilación extractiva.

5.- Un procedimiento mejorado según la reivindicación 4, en el que el reflujo se emplea sólo cuando la cantidad de hidrocarburos aromáticos separada de las cabezas de refinado no aromático excede de un nivel previamente determinado.

6.- Un procedimiento mejorado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en el que el disolvente comprende un disolvente del tipo del sulfolano.

7.- Un procedimiento mejorado según

23.6.72



403888



la reivindicación 6, en el que el disolvente comprende sulfolano.

5 8.- Un procedimiento mejorado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 en el que el disolvente comprende N-metil-2-pirrolidona.

9.- Un procedimiento mejorado según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que la temperatura del disolvente caliente está comprendida entre 121 y 204°C. aproximadamente.

10 10.- Un procedimiento mejorado de destilación extractiva.

15 Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

La presente Memoria consta de veintinueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 3 JUL 1972.

P.A.

Alberto de Eizaburu  
Por Fidei.

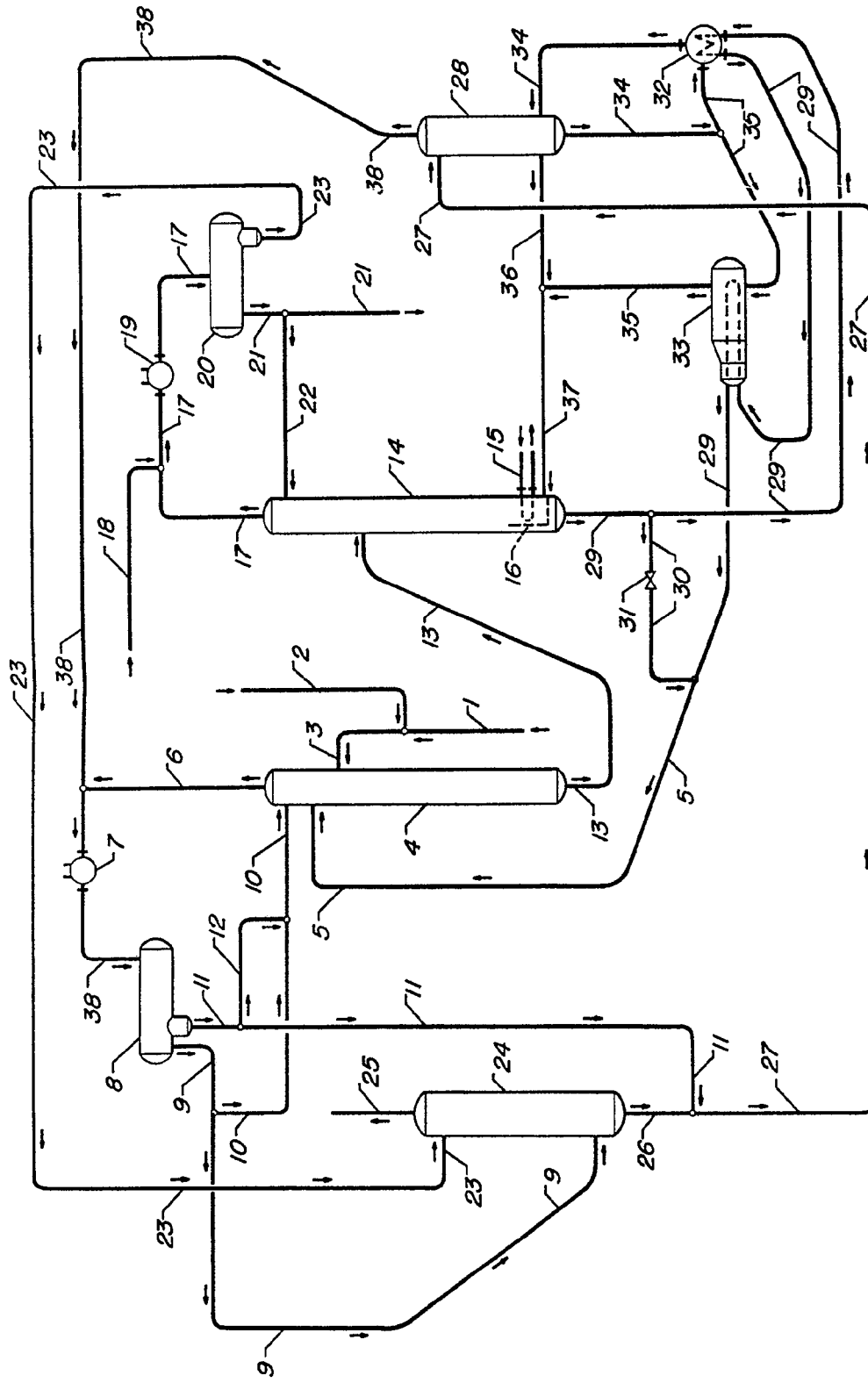
23.6.72

JGM



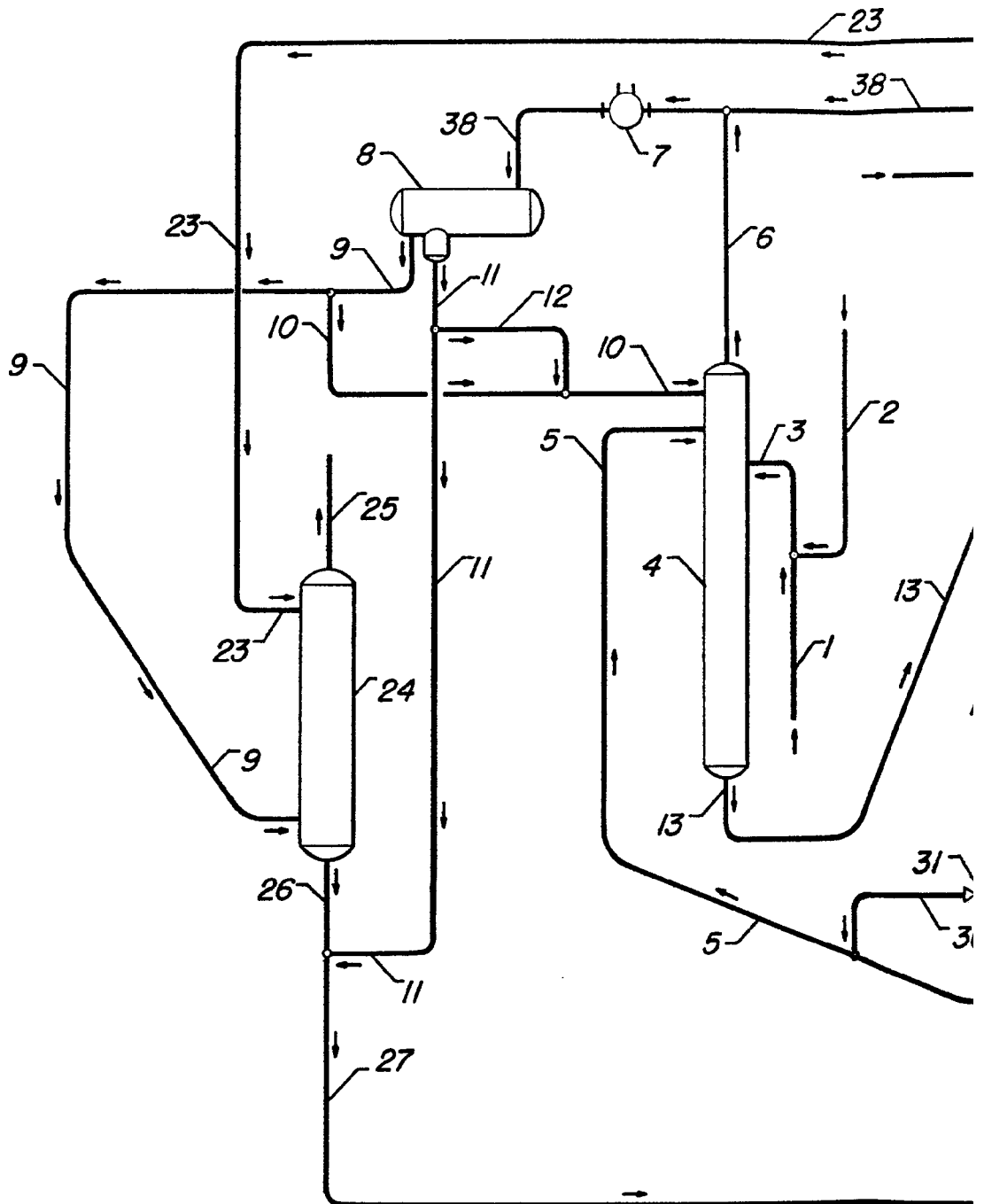
403888

403888

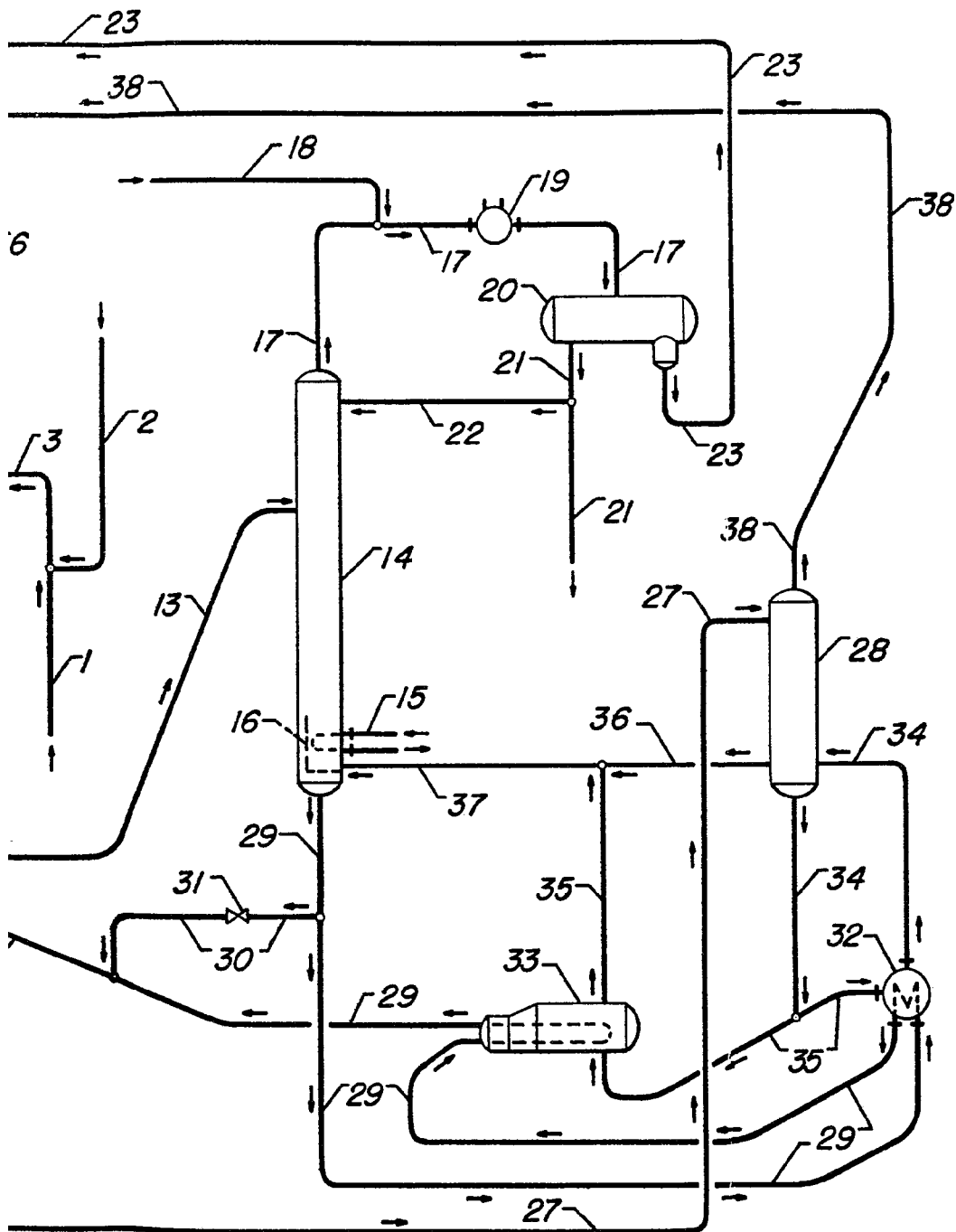


Approved  
Per [Signature]

403848



403888



Albert E. ...  
Per Poole