

4 0 5 7 5 0



P.- 51.819

Case 1487

Int. Cl.: CO7C

MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de UNIVERSAL OIL PRODUCTS COMPANY

entidad norteamericana

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

por: "METODO MEJORADO PARA LA ADICION DE AZUFRE EN UN PRO-
CEDIMIENTO PARA LA DESTILACION FRACCIONADA DE UNA
MEZCLA QUE CONTIENE COMPUESTOS POLIMERIZABLES"

(Clase Internacional CO7c)

405750



El presente invento se refiere a la destilación de compuestos polimerizables. Más específicamente, el presente invento se refiere a la destilación de compuestos polimerizables en que se utiliza azufre elemental como inhibidor de polimerización. Más particularmente, el presente invento se refiere a un método para añadir azufre elemental a un sistema de destilación.

La utilización de azufre elemental para inhibir la polimerización durante la destilación fraccionada de una mezcla que contiene un compuesto polimerizable es bien conocida para los expertos en la técnica. En las patentes de los Estados Unidos 2.166.125 y 2.188.772 se utiliza azufre elemental para inhibir la polimerización de hidrocarburos vinilaromáticos cuando es añadido en forma de un sólido que finalmente se disuelve en el hidrocarburo. En la patente de los Estados Unidos 3.222.263 se utiliza azufre elemental como inhibidor de la polimerización en la destilación de un hidrocarburo vinil-aromático en que el azufre es añadido en estado fundido. Además, en la patente de los Estados Unidos número 2.757.130 se utiliza azufre elemental como inhibidor de la polimerización en la purificación de compuestos nitrogenados heterocíclicos tal como un compuesto del tipo de vinilpiridina.

En los sistema descritos, la adición del azufre elemental presenta diversos problemas de trabajo en la

405750



práctica. Cuando se utiliza azufre sólido granular hay una falta de control de la cantidad exacta de azufre añadido al sistema. A causa del tamaño de partículas diverso en una carga de azufre granular, y dado que la solubilidad del azufre puede variar con la composición de la materia prima de alimentación y/o con la temperatura, la cantidad exacta de azufre añadido, cuando se hace pasar una corriente, que ha de ser sometida a inhibición, a través de un recipiente que contiene azufre, puede oscilar entre niveles de azufre excesivos y niveles de azufre inadecuados. Por lo tanto, aparecerán grados indeseables de polimerización. Los modos típicos de añadir azufre cuando se utiliza el sistema de adición de azufre sólido comprenden poner en contacto la alimentación o el reflujo en una columna dada con un lecho sólido de azufre.

Para superar algunos de los problemas que resultan de las amplias fluctuaciones en la concentración de azufre a causa de las fluctuaciones en la solubilidad del azufre en una zona de destilación particular, la técnica ha recurrido a añadir azufre en estado fundido a una zona de destilación. Este modo de trabajo constituye una mejora con relación a un trabajo del tipo de azufre sólido, dado que la adición de una cantidad previamente determinada de azufre líquido se logra con mayor facilidad que la adición de una cantidad previamente determinada de azufre por diso-

405750



lución de azufre sólido en una corriente dada. Sin embargo, este modo de trabajo no está libre por su parte de dificultades de trabajo. Por ejemplo, en una zona de destilación típica en la que se somete estireno a fraccionamiento, la alimentación de nueva aportación está a una temperatura de alrededor de 24 a 52°C. A esta temperatura, la solubilidad del azufre es baja, y el azufre fundido que no se disuelve puede solidificar o bien en el sistema de adición propiamente dicho o bien en forma de depósitos en el sistema de destilación, impidiendo de este modo el flujo de fluido a través del relleno o de los platos utilizados en el sistema. Para superar algunas de estas dificultades de deposición y nueva solidificación, se recurre en la técnica a retirar una porción de la alimentación de nueva aportación a la columna, y a calentarla a una temperatura más elevada antes de mezclarla con azufre fundido. La mezcla resultante es reunida y mezclada con la alimentación de nueva aportación y luego hecha pasar al sistema de destilación.

Este sistema de adición, ilustrado por la patente de los Estados Unidos 3.222.263 requiere calentar una corriente de fluido desde aproximadamente 38°C hasta una temperatura de alrededor de 121°C, y por lo tanto requiere una temperatura relativamente elevada de la superficie de contacto del intercambiador de calor (es decir de 121°C o mayor) con el fin de calentar eficazmente la mezcla sin re-

4 057504



72

querir una superficie grande de intercambio de calor. El hecho de utilizar una temperatura de la superficie de contacto próxima a 121°C no sólo aumentaría la superficie de intercambio de calor sino que aumentaría también el tiempo de permanencia en el intercambiador de calor. Además, el procedimiento ilustrado en esta patente necesita emplear un depósito mezclador para proporcionar una solución de azufre concentrada y homogénea. El largo tiempo de permanencia a temperatura elevada en este recipiente de depósito puede ser el responsable del desusado comportamiento citado en esta patente, en que un aumento de azufre más allá de alrededor de 0,4% en peso causa en realidad un aumento de las pérdidas totales de estireno. Esta observación es contraria a los resultados predichos sólo por polimerización, tal como se representa en la figura 4 de la citada patente, que muestra una velocidad de polimerización que disminuye de modo continuo a medida que aumenta la concentración de azufre. Dado que el tiempo prolongado y la temperatura acrecentada conducen a formación adicional de polímero, este sistema de adición de azufre fundido no es enteramente satisfactorio. Por lo tanto, aunque este sistema, que añade la mezcla que contiene azufre aguas arriba del punto de retirada, tiene algo de azufre presente durante el calentamiento, a causa de la recirculación todavía se desarrollarán grados innecesarios de polimerización.

4 0 5 7 5 0 ^{1/4}



RESUMEN DEL INVENTO

Correspondientemente, un objeto de este invento es crear un sistema para añadir azufre, bien en estado fundido o bien en estado sólido, a un sistema de destilación para separar una mezcla que contiene un compuesto polimerizable sin aumentar indebidamente la propensión a la formación de polímero.

En una realización amplia, por lo tanto, el presente invento se refiere a un método mejorado para la adición de azufre a un procedimiento para la destilación fraccionada de una mezcla que comprende compuestos polimerizables en que se utiliza azufre elemental como inhibidor de la polimerización. Este método mejorado de adición comprende introducir una mezcla polimerizable en una zona de destilación fraccionada en un lugar de alimentación de nueva aportación para producir una corriente de cabezas y una corriente de fondo o de colas. El azufre de nueva aportación es mezclado luego con una porción de esta corriente de colas para producir una corriente de colas que contiene azufre añadido. Preferiblemente, esta corriente de colas es calentada a una temperatura por encima de aquella a la que se recupera la corriente de colas de la zona de destilación antes de la adición de azufre. La corriente de colas resultante, que contiene azufre añadido de nueva aportación, es hecha pasar al lugar de alimentación de nueva aportación de

4 05750⁴ 1972



la zona de destilación fraccionada. En una realización más limitada, el azufre añadido a la porción de colas es azufre fundido.

5 En una realización todavía más limitada, el presente invento se refiere a un método mejorado para la adición de azufre a un procedimiento para la destilación fraccionada de una mezcla polimerizable obtenida del fluido saliente de una unidad de deshidrogenación de etilbenceno que comprende benceno, tolueno, etilbenceno, estireno, polímeros
10 de estireno y alquitranes, en que el azufre es utilizado para inhibir la polimerización de estireno. El método mejorado de adición comprende introducir esta mezcla polimerizable en la zona de destilación fraccionada en un lugar de alimentación de nueva aportación para producir una corriente
15 de cabezas de benceno-tolueno y una corriente de colas de etilbenceno-estireno. Una porción de la corriente de colas así producida es retirada y calentada, y mezclada a continuación con azufre fundido para producir una corriente de colas que contiene azufre disuelto. Esta corriente de colas que
20 contiene azufre añadido es mezclada luego con la mezcla polimerizable que es hecha pasar como alimentación a la zona de destilación fraccionada.

25 En una realización más limitada, la corriente de colas de etilbenceno-estireno es retirada de la zona de destilación a una temperatura dentro del margen de aproxi-

405750



madamente 93°C hasta aproximadamente 113°C y es calentada a una temperatura dentro del margen de 121°C hasta aproximadamente 149°C. Preferiblemente, se toma aproximadamente 1 a 10% de la corriente de colas de estireno-etilbenceno originalmente retirada como corriente de colas de la zona de destilación fraccionada, y se la recircula de nuevo a la zona de destilación después de la adición de azufre.

Otros objetos, realizaciones y una descripción más detallada de las precedentes realizaciones se encontrarán en la siguiente descripción más detallada del presente invento.

DESCRIPCION DETALLADA DEL INVENTO

El sistema de adición de azufre del presente invento puede ser utilizado allí donde se emplee azufre elemental como inhibidor de polimerización y se destile fraccionalmente un compuesto polimerizable. Ejemplos de sistemas de destilación fraccionada en los que se utiliza azufre como inhibidor de la polimerización, en donde encuentra aplicación el sistema mejorado de adición del presente invento, son la separación por destilación fraccionada de hidrocarburos vinilaromáticos polimerizables tales como estireno, 4-cloreostireno, 4-etilestireno, metiletilestireno, etilvinilben-

405750¹⁴



ceno, divinilbenceno, vinilnaftaleno y similares. De modo similar, el presente invento es aplicable a la destilación de compuestos nitrogenados heterocíclicos tales como 2-metil-5-vinilpiridina y similares.

5 Sin embargo, el presente invento encuentra utilización particular en sistemas de fraccionamiento en que está presente estireno y, específicamente, en el fraccionamiento de una mezcla que contiene estireno obtenida del fluido saliente de una unidad de deshidrogenación de etilbenceno. En
10 un sistema típico de recuperación de estireno, la porción hidrocarbonada normalmente líquida de un fluido saliente de una unidad de deshidrogenación de etilbenceno, que comprende benceno, tolueno, etilbenceno, estireno, polímeros de estireno y alquitranes, es separada en una sucesión de fraccionamiento
15 de tres columnas en presencia de azufre. En la primera columna se retira como cabezas una fracción de C_7 y menos (es decir que contiene predominantemente benceno y tolueno y exenta de hidrocarburos C_8 y mayores) y como colas se retira una fracción de C_8 y más que contiene predominantemente etilbenceno y estireno (es decir 90% en peso o más). Esta fracción de
20 colas de C_8 y más es fraccionada en una segunda columna de fraccionamiento para producir una fracción de cabezas de etilbenceno en que predomina el etilbenceno (a saber, menos de 4% de estireno) y una fracción de colas de estireno impura que comprende
25 estireno, polímeros, alquitranes y azufre. Esta co-

405750



5 rriente de colas de estireno impura es fraccionada adicionalmente en una tercera columna de fraccionamiento para proporcionar como cabezas un producto puro de estireno, y una corriente residual que comprende polimeros, alquitranes, azufre, etc.

10 Tal como se ha indicado, el sistema mejorado de adición de azufre comprende mezclar azufre con una porción de una corriente de colas producidas por la destilación fraccionada de una mezcla que contiene un compuesto polimerizable en el que la técnica admite la utilización de azufre como inhibidor de polimerización. Correspondientemente, el azufre puede ser añadido de acuerdo con el presente invento a una cualquiera de la sucesión descrita de tres columnas para la recuperación de estireno desde un fluido saliente de un reactor de deshidrogenación de etilbenceno. Sin embargo, el azufre es añadido preferiblemente por el método del presente invento a la primera columna de destilación de la sucesión de tres columnas.

20 El azufre puede ser añadido en forma de un sólido haciendo pasar una porción de la corriente de colas por encima de un lecho sólido de azufre o, más preferiblemente, mezclando azufre fundido con la fracción de colas. La fracción de colas resultante, que contiene el azufre añadido de nueva aportación, es hecha pasar luego al mismo lugar en la zona de destilación fraccionada que el lugar en que la ali-

405750⁴



mentación es hecha pasar, distribuyendo de este modo el azu-
fre por todo el sistema. Preferiblemente, la fracción de
colas es mezclada directamente con la alimentación a la co-
lumna con el fin de asegurar una plena distribución del azu-
5 fre por todas las secciones de la parte inferior de la co-
lumna en que prevalecen en mayor grado elevadas temperatu-
ras y los correspondientes problemas de polimerización.

En un sistema típico de destilación, tal como
se ha descrito, la temperatura de la parte inferior es usual-
10 mente la temperatura más elevada en el sistema de destila-
ción. Correspondientemente, no siempre es necesario calen-
tar adicionalmente la porción de la fracción de colas a la
que se ha de añadir el azufre, dado que la cantidad de azu-
fre a añadir se disolverá frecuentemente con facilidad en
15 la porción de colas que ha de ser hecha pasar al lugar de
alimentación. El que se requiera calor adicional o no es
una función de la composición, de la temperatura y de la
cantidad de la fracción de colas a la que se ha de añadir
azufre, y puede ser averiguado con facilidad por los exper-
20 tos en la técnica. La cantidad de fracción de colas que ha
de ser recirculada de este modo no deberá interferir mate-
rialmente con el funcionamiento, por lo demás normal, de la
zona de destilación y comprenderá típicamente de aproximada-
mente 1 a aproximadamente 10% de la corriente de colas total.

25 El nivel exacto de azufre que se ha de mante-

405750



ner es bien conocido para los expertos en la técnica tal como se evidencia por las patentes de los Estados Unidos 2.166.125; 2.188.772; 2.757.130 y 3.222.263, cuyas enseñanzas se incorporan aquí específicamente como referencia.

5 Preferiblemente, la cantidad añadida se encuentra por debajo del nivel de saturación de la corriente de colas. La temperatura del azufre fundido deberá estar por debajo de aproximadamente 149°C para obtener facilidad en su manipulación. Temperaturas más elevadas aumentan con rapidez la viscosidad del azufre líquido, y pueden inducir polimerización,
10 por el calor contenido en el azufre, cuando éste se añade a una mezcla polimerizable.

En un caso particular de una sucesión de fraccionamiento para la recuperación de estireno desde un fluido saliente de reactor de deshidrogenación, el azufre es añadido preferiblemente, tal como se ha indicado anteriormente, a una porción de las colas de la primera columna de fraccionamiento. En dicha separación, en que el benceno y el tolueno son retirados en la fracción de cabezas, e hidrocarburos
15 C₈ y más son retirados como fracción de colas, se utilizan presiones inferiores a la atmosférica de modo que se pueden utilizar temperaturas lo más bajas que sean posibles para evitar la polimerización. Típicamente se utiliza una temperatura de la fracción de colas de aproximadamente 93 a aproximadamente 113°C. En este sistema se ha encontrado que au-
25

405750



mentando la temperatura de la porción de colas, a la que se ha de añadir azufre, a aproximadamente 121°C hasta aproximadamente 149°C, y añadiendo azufre a una temperatura de aproximadamente 132°C, resulta un trabajo eficaz. Más particularmente, se recircula de alrededor de 1% hasta alrededor de 10% de la corriente de colas y el nivel de azufre en la alimentación total a la columna es mantenido en alrededor de 0,2-1% en peso. Esto requiere típicamente aproximadamente 20% en peso de azufre en la corriente de recirculación que, a una temperatura preferida de aproximadamente 132°C, no separará por precipitación azufre en ningún lugar del sistema.

Una ventaja particular del presente sistema de adición se encuentra en los casos en que la porción de colas recirculada ha de ser calentada antes de la adición de azufre. Dado que la fracción de colas ya está a una temperatura elevada y contendrá azufre cuando el funcionamiento de la columna llegue al equilibrio, la propensión a la formación de polímero debido a la etapa de calentamiento resultará disminuida. Además de ello, dado que la diferencia de temperaturas entre la porción de colas y la temperatura final deseada es menor que cuando se añade azufre a la alimentación de nueva aportación, se requerirán menores temperaturas de la superficie de contacto o menores tiempos de permanencia en el intercambiador de calor. Por lo tanto se reducirá

4 0 5 7 5 1 0



la propensión a la polimerización.

DESCRIPCION DE LOS DIBUJOS

5 El sistema de adición realizado en el presente
invento puede ser explicado del mejor de los modos hacien-
do referencia a los dibujos esquemáticos anejos que ilustran
la deshidrogenación de etilbenceno para formar estireno y
los correspondientes dispositivos de recuperación de pro-
10 ducto necesarios para producir un producto de estireno rela-
tivamente puro.

De modo necesario, deben existir ciertas limi-
taciones en un diagrama esquemático del tipo presentado y
no se tiene intención en el caso presente de limitar el al-
15 cance, generalmente amplio, de este invento a materias pri-
mas de alimentación, caudales, condiciones de trabajo,
catalizadores, etc., específicos. Accesorios diversos, in-
cluyendo válvulas, elementos de control, bombas, compres-
ores, separadores, rehervidores, etc. han sido eliminados,
20 y sólo se ilustran aquellos recipientes y aquellas conduccio-
nes que son necesarios para una comprensión completa y cla-
ra de diversas realizaciones de este invento.

Haciendo referencia ahora al diagrama esquemáti-
co anejo, una corriente de etilbenceno relativamente pura
25 entra por la conducción 1 y es mezclada con una corriente

405750



de recirculación de etilbenceno que se describirá seguidamente, que entra por la conducción 2 y la mezcla resultante es hecha pasar a través de la conducción 1 a la zona de deshidrogenación 3 con vapor, de agua. La zona de deshidrogenación 3 es de un tipo bien conocido para los expertos en la técnica y las condiciones exactas de zona, catalizador y tratamiento y similares no son críticas para la práctica del presente invento. En un sistema de deshidrogenación típico, la zona 3 comprenderá una pluralidad de reactores de deshidrogenación con calentamiento intermedio entre cada sección de reacción. La zona 3 produce un fluido saliente de producto del reactor a una temperatura de aproximadamente 593°C, cuando la zona de deshidrogenación 3 comprende una zona de deshidrogenación con vapor de agua. Este fluido saliente, que es retirado por la conducción 4, es enfriado, por medios no mostrados, a una temperatura de aproximadamente 38°C, y es hecho pasar al sedimentador 5 de productos del reactor.

Dentro del sedimentador 5 de productos del reactor, el fluido saliente de reacción se separa en una fase gaseosa, una fase hidrocarbonada y una fase acuosa. La fase acuosa es retirada por la conducción 6 y la fase gaseosa, que comprende dióxido de carbono, monóxido de carbono, hidrógeno, metano, etano, etileno y similares, es retirada por la conducción 7. La fase hidrocarbonada resultante es

405750



72

5 retirada luego para ser separada adicionalmente por des-
tilación fraccionada a través de la conducción 8 y es mez-
clada con una corriente que contiene azufre, que se descri-
be a continuación, que penetra por la conducción 9 y es he-
cha pasar a la columna 10 de benceno-tolueno. Más particu-
larmente, en una realización comercial, se retiran de la
zona de separación 5, a través de la conducción 8, 16.934
kg por hora de hidrocarburo, y éstos comprenden aproximada-
mente 40% en moles de etilbenceno y aproximadamente 52% en
10 moles de estireno. Típicamente, la columna 10 contiene al-
rededor de 30 a 50 platos y el lugar de alimentación está
en la sección central de la columna.

15 La mezcla de hidrocarburo y azufre resultante
que es hecha pasar a la sección central de la columna 10
de benceno-tolueno es separada en una corriente de C_7 y
menos que es retirada como cabezas a través de la conduc-
ción 11 y comprende aproximadamente 813 kg por hora de
benceno y tolueno, aproximadamente 11,35 kg por hora de
compuestos normalmente gaseosos no retirados por la con-
20 ducción 7, y aproximadamente 12,7 kg por hora de vapor de
agua. Como fracción de colas se retira a través de la con-
ducción 12 una mezcla de C_8 y más que comprende etilbence-
no, estireno, polímeros de estireno, alquitranes y azufre,
cuya fuente se ha de describir seguidamente. La columna 10
25 de benceno-tolueno es mantenida a una temperatura y una

4057504



presión de la fracción de cabezas de aproximadamente 38°C y 100 mm de Hg absolutos, y a una temperatura y una presión de la fracción de colas de aproximadamente 103°C y 210 mm de Hg absolutos. Se mantiene el equilibrio térmico retirando una porción de la porción de colas a través de la conducción 12 y haciendo pasar esta porción al rehervidor 13 con lo cual se mantiene una temperatura constante de la fracción de colas de 103°C evaporando al menos una porción del material de colas y haciendo pasar la mezcla evaporada resultante a una porción inferior de la columna de destilación a través de la conducción 12.

Otra porción de la corriente de colas es retirada de la conducción 12 en un caudal de aproximadamente 454 kg por hora a través de la conducción 14, y contiene aproximadamente 0,63% en peso de azufre. Esta corriente es calentada a una temperatura de alrededor de 132°C por medios de intercambio de calor indirecto 15 y la mezcla calentada resultante es retirada por la conducción 9 y mezclada con aproximadamente 101 kg por hora de azufre elemental fundido retirado del recipiente de adición de azufre 16 a través de la conducción 17. Esta mezcla que contiene azufre es hecha pasar luego por la conducción 9 y mezclada con hidrocarburos retirados del sedimentador de producto del reactor a través de la conducción 8. Se obtiene un completo mezclado mediante un orificio mezclador en la con-

405750

14



72

ducción 9. La adición de azufre de la manera indicada y en las cantidades descritas proporciona una concentración de azufre de 0,6% en peso en los hidrocarburos que son hechos pasar a la columna de destilación 10, y es suficiente para inhibir la polimerización de estireno en ella.

La fracción de colas neta de la columna de benceno-tolueno es retirada por la conducción 18 con un caudal de aproximadamente 16.199 kg por hora y es hecha pasar a la columna 19 de fraccionamiento de etilbenceno que es mantenida a una temperatura y una presión de la fracción de cabezas de alrededor de 52°C y 35 mm de Hg absolutos, y a una temperatura y una presión de la fracción de colas de alrededor de 106°C y 240 mm de Hg absolutos. Por la parte superior de la columna de fraccionamiento 19 se retira a través de la conducción 2 una corriente de recirculación de etilbenceno que es hecha pasar a la zona de deshidrogenación 3 tal como se ha descrito anteriormente. Se retira como fracción de colas a través de la conducción 20 una corriente impura de estireno que comprende estireno, polímeros de estireno, alquitranes y azufre.

Esta corriente impura de estireno es hecha pasar luego a través de la conducción 20 a la columna 21 de purificación de estireno en que la mezcla impura de estireno es separada en una corriente de cabezas 22, que comprende producto de estireno relativamente puro, y en una corriente

405750 14 00



de colas 23 que comprende polímeros de estireno, alquitra-
nes y azufre. Más particularmente, la columna de fracciona-
miento 21 es mantenida a una temperatura y una presión de
la fracción de cabezas de alrededor de 54°C y 30 mm de Hg
5 absolutos, y a una temperatura y una presión de la fracción
de colas de aproximadamente 99°C y 100 mm de Hg absolutos.

Tal como se ha ilustrado, se añade azufre ele-
mental de nueva aportación a la columna 10 de benceno-tolue-
no añadiendo azufre a una porción de la corriente de colas
10 producida en ella y agregando la mezcla resultante que con-
tiene azufre de nueva aportación y la alimentación hecha
pasar a la columna de destilación. Aunque no se ha ilus-
trado, el mismo concepto podría ser utilizado en la colum-
na 19 de etilbenceno mezclando azufre con una porción de la
15 fracción de colas de estireno impura o, de modo similar, el
mismo concepto podría ser utilizado en la columna de frac-
cionamiento 21 mezclando azufre con el residuo de alquitra-
nes y polímeros.

Esta solicitud que corresponde a la presentada
20 en Estados Unidos de América el 11 de Agosto de 1971, con el
nº 170.864, se acoge a los beneficios del artículo 51 del
vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.



REIVINDICACIONES


5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta Patente de Invención en España por VEINTE años, son los siguientes:

1. - Método mejorado de adición de azufre en un procedimiento para la destilación fraccionada de una mezcla que contiene compuestos polimerizables en donde se utiliza azufre elemental como inhibidor de la polimerización, 10 caracterizado porque dicho método mejorado de adición de azufre comprende (a) introducir la mezcla polimerizable en una zona de destilación fraccionada en un lugar de alimentación para producir una corriente de cabezas y una corriente de colas; (b) mezclar azufre con una porción de la corriente de colas para producir una corriente de colas que 15 contiene azufre añadido; y (c) hacer pasar dicha corriente de colas que contiene azufre procedente de la etapa (b) al lugar de alimentación de la zona de destilación fraccionada.

2. - El método de la reivindicación 1, en que dicho 20 azufre es azufre fundido.

3. - El método de la reivindicación 1, en que dicha fracción de colas es calentada antes de ser mezclada con dicho azufre.

4. - El método de la reivindicación 1, en que dicha 25 mezcla polimerizable se obtiene del fluido saliente de una


7-10-72

405750

14



unidad de deshidrogenación de etilbenceno.

5.- El método de la reivindicación 1, en que dicha mezcla polimerizable comprende etilbenceno y estireno, y dicha corriente de cabezas es etilbenceno y dicha corriente de colas es estireno.

6.- El método de la reivindicación 1, en que dicha mezcla polimerizable comprende benceno, tolueno, etilbenceno y estireno, y dicha corriente de cabezas contiene predominantemente benceno y tolueno, y dicha corriente de colas contiene predominantemente etilbenceno y estireno.

7.- El método de la reivindicación 1, en que dicha corriente de colas que contiene azufre procedente de la etapa (b) es hecha pasar a dicho lugar de alimentación en mezcla con la mezcla polimerizable.

8.- Método mejorado para la adición de azufre en un procedimiento para la destilación fraccionada de una mezcla polimerizable obtenida del fluido saliente de una unidad de deshidrogenación de etilbenceno que comprende benceno, tolueno, etilbenceno y estireno, en donde se utiliza azufre elemental para inhibir la polimerización de estireno, caracterizado porque dicho método mejorado para la adición de azufre comprende: (a) introducir la mezcla polimerizable en una zona de destilación fraccionada en un lugar de alimentación para producir una corriente de cabezas de benceno=tolueno y una corriente de colas de etilbenceno-


7-10-72.

405750

14 OCT 1972



estireno; (b) retirar una porción de la fracción de colas
y calentar dicha corriente de colas retirada; (c) mezclar
azufre fundido con dicha porción de colas calentada para
producir una corriente de colas que contiene azufre disuel-
5 to; y (d) mezclar la corriente de colas que contiene azufre
procedente de la etapa (c) con la mezcla polimerizable de
la etapa (a).

9.- El método de la reivindicación 8, en que la
corriente de colas de la etapa (b) es calentada desde una
10 temperatura de aproximadamente 93°C a aproximadamente
113°C hasta una temperatura de aproximadamente 121°C a
aproximadamente 149°C.

10.- El método de la reivindicación 8, en que
en la etapa (b) se retira aproximadamente 1% hasta aproxi-
15 madamente 10% de la corriente de colas.

11.- Método mejorado para la adición de azufre
en un procedimiento para la destilación fraccionada de una
mezcla que contiene compuestos polimerizables.

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

Esta Memoria consta de ventidos hojas escritas
por una sola cara.

14 OCT. 1972

Madrid,

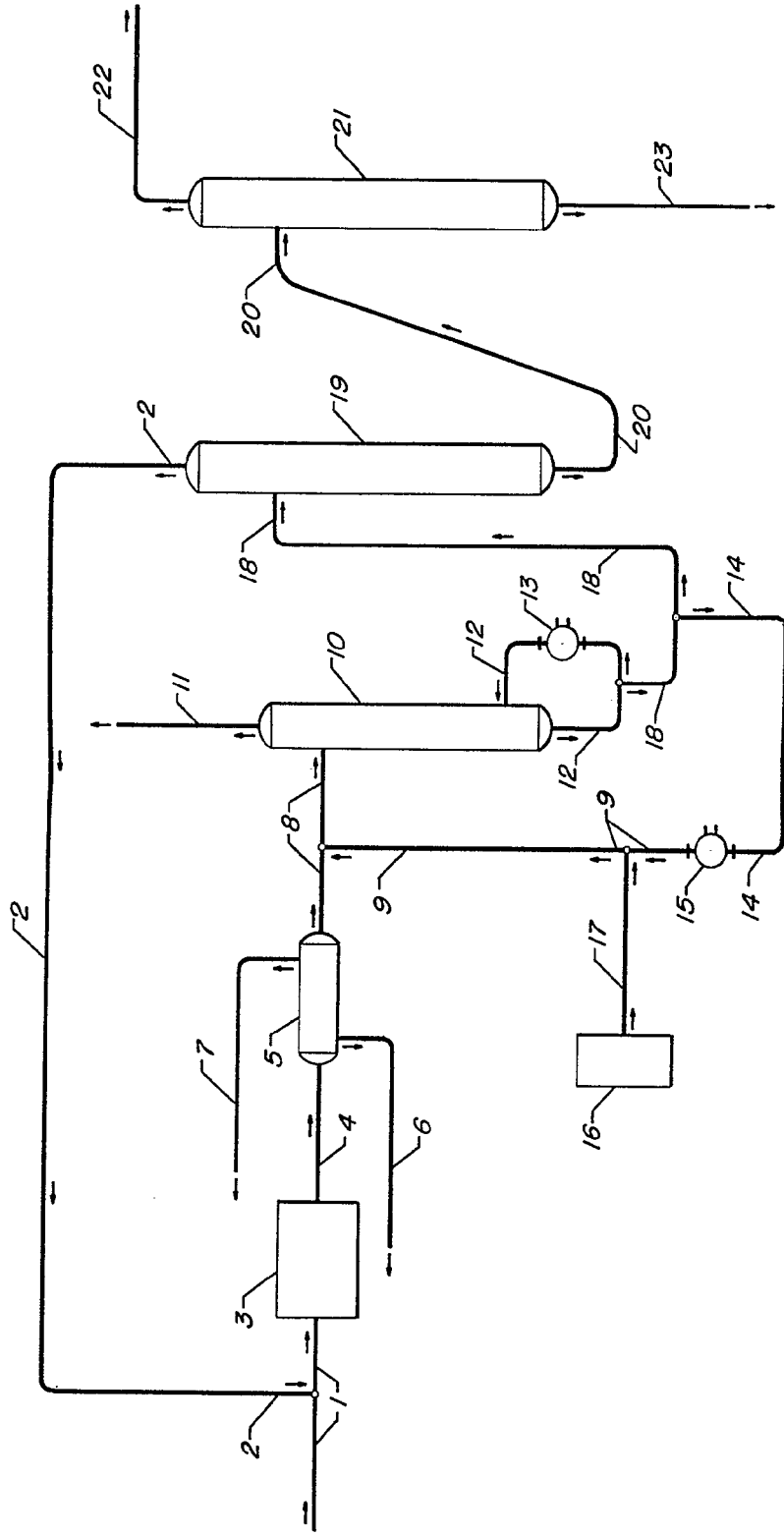
P.A.

ALB. J. GARCIA
Per. Excmo. Sr. D. J. GARCIA

7-10-72/GM.

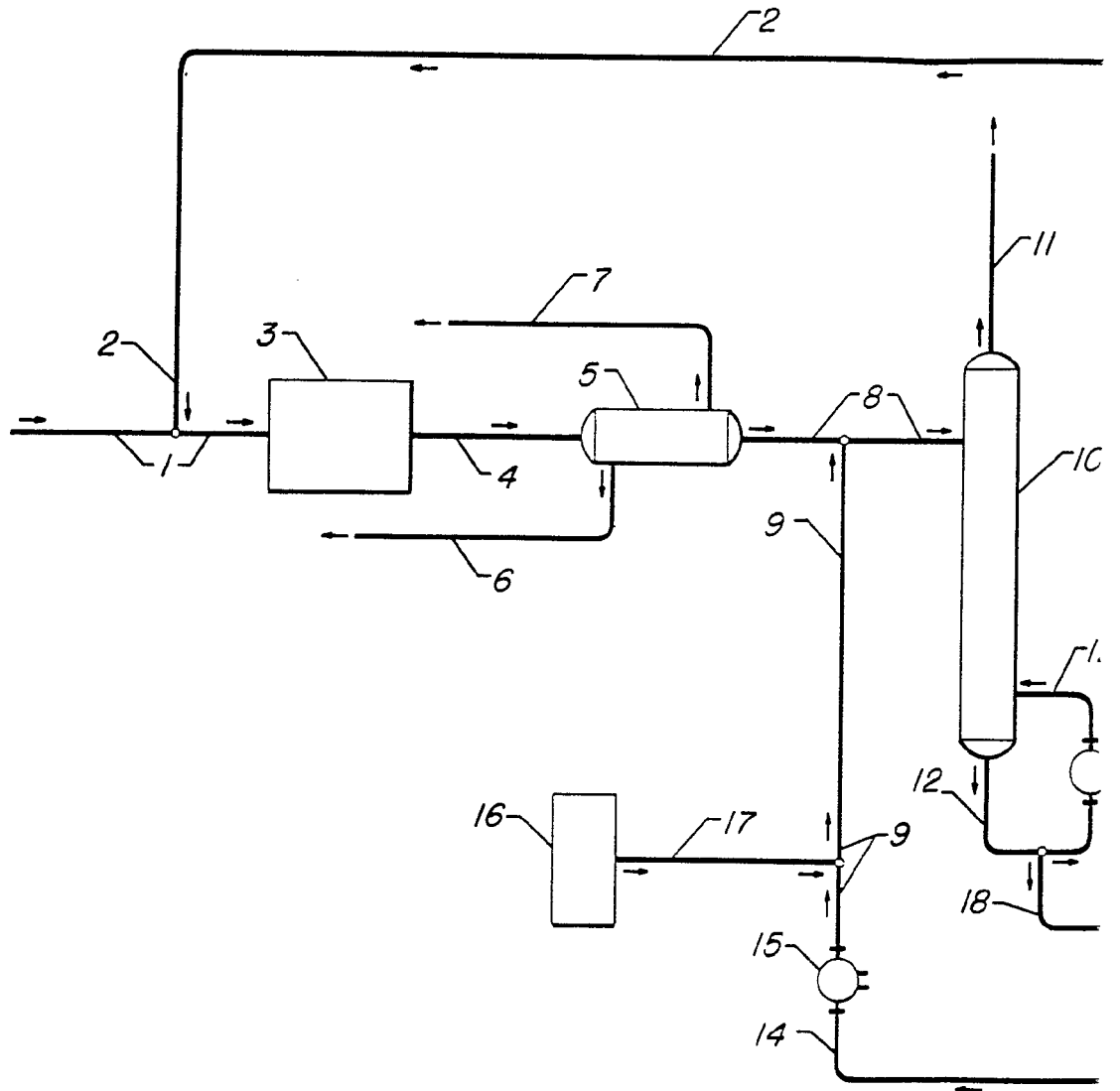
405750

405750

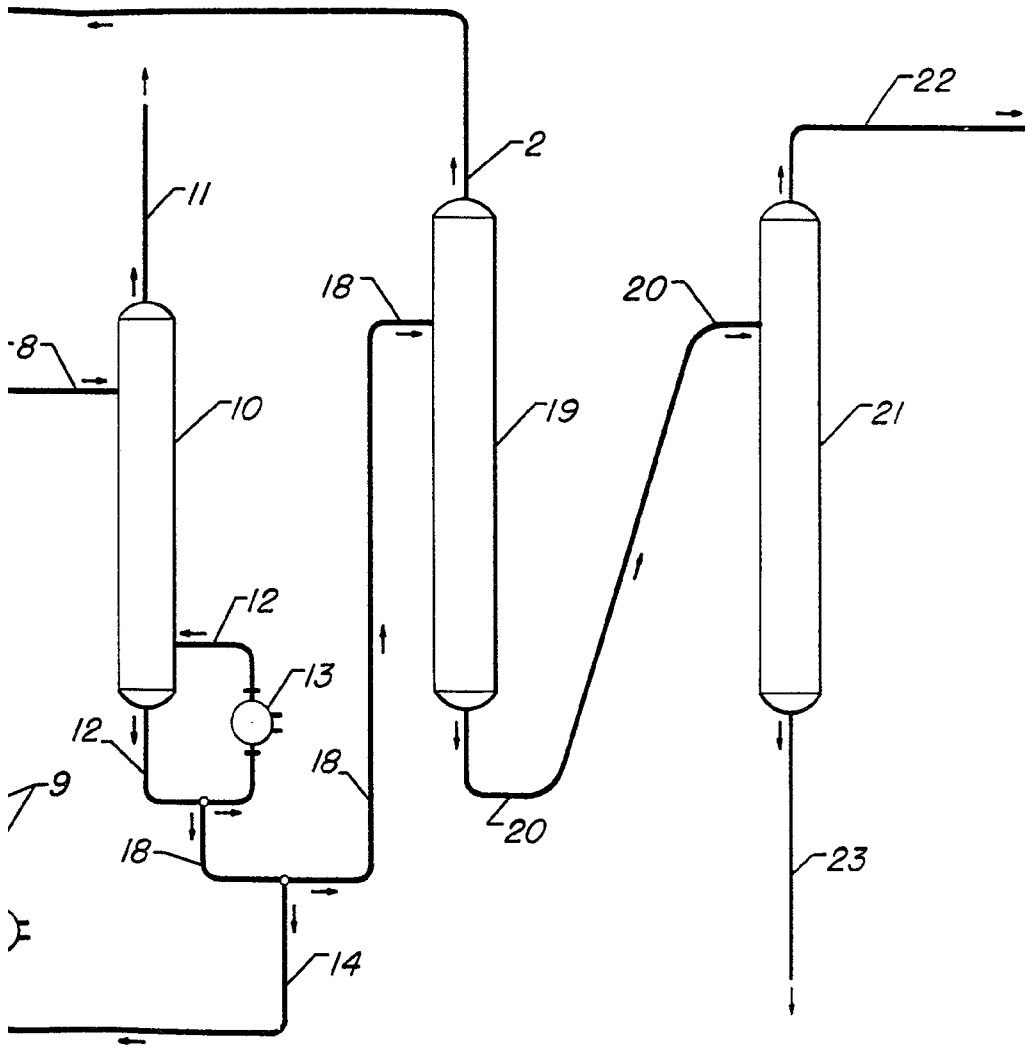


Albert G. Silvestri
 For Patent

405750



405750



Alberto...
For Product