



-6

409365

P.- 52.749

Case - 1507

F.C. 6-2-75

Memoria descriptiva

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de UNIVERSAL OIL PRODUCTS COMPANY

entidad norteamericana

Int. Cl.: C 10 G

establecida en Ten UOP Plaza, Algonquin & Mt. Prospect  
Roads, Des Plaines, Illinois 60016, Esta-  
dos Unidos de América

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA PRODUCIR FUEL OIL"

(Clase Internacional C10g)

Prioridad reivindicada: Estados Unidos de América 14 de  
Diciembre de 1.971, Nº 207.871

409365



P.- 52.749

APLICABILIDAD DE LA INVENCION

La desulfuración es un procedimiento bien conocido y descrito con todo detalle en la tecnología del petróleo, estando colmada la bibliografía relativa a ésta de referencias orientadas hacia catalizadores adecuados de desulfuración, métodos y técnicas de fabricación de catalizadores y diversas técnicas operativas utilizadas. La desulfuración implica la separación destructiva de compuestos de azufre, mediante la conversión de los mismos en sulfuro de hidrógeno e hidrocarburos, y frecuentemente se incluye en el término amplio de "hidrorrefino". Los procedimientos de hidrorrefino se efectúan en condiciones de operación que sirven para promover principalmente la desnitrificación y la desulfuración, y en una proporción algo menor la conversión de los asfaltenos, la conversión de los hidrocarburos no destilables, la hidrogenación y el hidrocraqueo. En otras palabras, los términos "hidrorrefino" y "desulfuración" se emplean generalmente como sinónimos para aludir a un procedimiento en el que un material de alimentación hidrocarburado se "purifi

29.11.72

409365



ca" con objeto de preparar, o bien un material de carga  
adecuado para utilización en un procedimiento subsiguien  
te de conversión de hidrocarburos, o de recuperar un  
producto que tenga una utilidad inmediata. El procedi-  
5 miento de combinación de la presente invención se puede  
utilizar ventajosamente para producir un fuel oil que  
contenga menos de aproximadamente 1,0% en peso de azu-  
fre, efectuando al mismo tiempo cierto grado de conver-  
sión en productos hidrocarbурados que hierven a temperar  
10 tura más baja.

El reconocimiento reciente de la necesidad  
de impedir la descarga de contaminantes a la atmósfera  
ha dado como resultado la imposición de limitaciones gu-  
bernamentales en cierto número de zonas. Entre estas  
15 cuestiones es notable la combustión de combustibles de  
alto contenido en azufre, principalmente carbón y fuel  
oil, que da como resultado la descarga a la atmósfera  
de cantidades excesivamente grandes de dióxido de azu-  
fre. Con respecto a los fuel oils, derivados de los cru-  
20 dos de petróleo, la demanda de los mismos ha aumentado  
notablemente como resultado de las necesidades crecient  
es de energía; de mayor importancia, sin embargo, es  
el hecho de que se ha impuesto ya legislación en muchas  
localidades limitando la concentración de azufre a un  
25 máximo de 1,0% en peso o inferior. Los expertos en este

29.11.72

409385



campo particular predicen actualmente que en los próximos años se verá el contenido máximo de azufre de los fuel oils restringido a un nivel menor de aproximadamente 0,5% en peso. Es a este fin al que se orienta específicamente la presente invención; es decir, a la producción de fuel oils de naturaleza hidrocarburada que contengan menos de aproximadamente 1,0% en peso de azufre, y, en caso de que se requiera, que contengan un nivel inferior a aproximadamente 0,5% en peso. La demanda creciente de fuel oils de bajo contenido de azufre ha traído consigo también la necesidad de efectuar la conversión del "fondo del barril". En otros términos, la demanda creciente de fuel oil ha requerido a su vez la utilización de prácticamente el 100,0% de un crudo de petróleo.

De acuerdo con el presente procedimiento de combinación, se obtienen fuel oils aceptables por la vía de la desulfuración de crudos de petróleos, productos de colas de columnas de destilación a la presión atmosférica, productos de colas de columnas de destilación a vacío, productos de reciclaje pesados, residuos de crudos de petróleo, crudos de petróleo reducidos, aceites pesados de naturaleza hidrocarburada extraídos de arenas de alquitrán, etc. Los crudos de petróleos, y las fracciones y/o destilados hidrocarburados más pesados

409365



obtenidos a partir de aquéllos, contienen compuestos ni  
trogenados y sulfurados en cantidades excesivamente  
grandes, encontrándose los últimos generalmente dentro  
del margen de aproximadamente 2,5% a aproximadamente  
5 6,0% en peso. Además de ello, estas fracciones hidrocar-  
buradas pesadas, a las que se hace referencia frecuente-  
mente en la técnica como "aceites negros", contienen  
grandes cantidades de contaminantes organo-metálicos,  
que comprenden principalmente níquel y vanadio, y asfal  
10 tenos insolubles de alto peso molecular. Ilustrativos  
de entre aquellos materiales de carga, a los que es apli-  
cable la presente invención, son un producto de colas  
de columna de destilación a vacío que tiene una densi-  
dad de 7,1<sup>º</sup> API y que contiene 4,05% en peso de azufre  
15 y 23,7% en peso de asfaltenos; un crudo de petróleo del  
Oriente Medio "reducido", que tiene una densidad de  
11,0<sup>º</sup> API, y que contiene 10,1% en peso de asfaltenos  
y 5,20% en peso de azufre; y un residuo de vacío que  
tiene una densidad de aproximadamente 8,8<sup>º</sup> API y que con  
20 tiene 3,0% en peso de azufre, 4.300 partes por millón  
en peso de nitrógeno y que tiene una temperatura de des-  
tilación del 20,0% en volumen de aproximadamente 568<sup>º</sup>C.  
La utilización del procedimiento de la presente inven-  
ción proporciona una recuperación máxima de fuel oil de  
25 bajo contenido de azufre a partir de estos materiales

409333



de carga más pesados de naturaleza hidrocarburada.

OBJETOS Y REALIZACIONES

5 Un objeto principal de la presente invención es proporcionar un procedimiento para efectuar la desulfuración de un material de naturaleza hidrocarbura-  
da. Un objetivo secundario reside en un procedimiento de etapas múltiples para la desulfuración de materiales pesados de naturaleza hidrocarburada con objeto de pro-  
ducir un fuel oil aceptable que contenga menos de apro-  
ximadamente 1,0% en peso de azufre.

Otro objeto es proporcionar un procedimiento de desulfuración para la recuperación máxima de un pro-  
ducto de fuel oil a partir de aceites negros de natura-  
leza hidrocarburada.

En una realización, por consiguiente, la pre-  
sente invención implica un procedimiento para producir fuel oil que contenga menos de aproximadamente 1,0% en peso de azufre a partir de un material de carga de na-  
turaleza hidrocarburada asfáltico que contenga más de aproximadamente 2,0% en peso de azufre, procedimiento que comprende las operaciones de: (a) hacer reaccionar dicho material de carga e hidrógeno en una primera zona de reacción catalítica, en condiciones de desulfuración seleccionadas para convertir los compuestos de azufre

405305



en sulfuro de hidrógeno e hidrocarburos; (b) separar el  
efluente resultante de la primera zona de reacción, sus-  
tancialmente a la misma presión, en una primera zona  
de separación para proporcionar una primera fase de va-  
5 por y una primera fase normalmente líquida; (c) desas-  
faltar al menos una porción de dicha primera fase lí-  
quida con un disolvente selectivo en una zona de extra-  
ción por disolvente para proporcionar una fase normal-  
mente líquida rica en disolvente y un concentrado de  
10 asfaltenos pobre en disolvente; (d) hacer reaccionar  
con hidrógeno al menos una porción de dicha fase de va-  
por y dicha fase líquida rica en disolvente, en una se-  
gunda zona de reacción catalítica, en condiciones de  
desulfuración seleccionadas para convertir compuestos  
15 de azufre adicionales en sulfuro de hidrógeno e hidro-  
carburos; y, (e) separar el efluente resultante de la  
segunda zona de reacción, en una segunda zona de sepa-  
ración, sustancialmente a la misma presión y a una tem-  
peratura comprendida entre 16°C y aproximadamente 60°C,  
20 para recuperar un producto de fuel oil que contiene me-  
nos de aproximadamente 1,0% en peso de azufre.

Otras realizaciones de la presente invención,  
como se indicará más adelante en esta memoria con ma-  
yor detalle, residen fundamentalmente en márgenes pre-  
25 feridos de las variables del procedimiento, en diversas

409365



técnicas de tratamiento y en composiciones catalíticas preferidas para utilización en las zonas de reacción catalíticas de lecho fijo. Por ejemplo, en una de tales otras realizaciones, el concentrado de asfaltenos precipitado se mezcla con el producto de fuel oil recuperado de la segunda zona de separación con objeto de aumentar el rendimiento volumétrico global.

En otra de tales realizaciones, las condiciones de operación empleadas en la primera zona de reacción catalítica se seleccionan para reducir la concentración de azufre a un nivel inferior a aproximadamente 2,0%, y preferiblemente comprendido dentro del margen que va desde aproximadamente 1,25% a aproximadamente 1,75% en peso.

Otros objetos y realizaciones que se consideraran en la presente invención resultarán evidentes a partir de la descripción detallada que sigue del procedimiento de combinación abarcado por aquélla.

#### RESUMEN DE LA INVENCION

Antes de resumir la presente invención, se consideran necesarias varias definiciones con objeto de lograr una comprensión clara de aquélla. En la presente memoria descriptiva y en las reivindicaciones del apéndice, la frase "sustancialmente la misma que" tiene



por objeto denotar que la presión a la que se mantiene un recipiente sucesivo, es la misma que existe en un recipiente situado aguas arriba, tolerándose únicamente la caída de presión experimentada como resultado del paso de los fluidos a lo largo del sistema. Análogamente, la frase "la temperatura es sustancialmente la misma que" se emplea para indicar que la única reducción de temperatura es debida al descenso experimentado normalmente como consecuencia del paso del material de una pieza del equipo a otra, o a la conversión de calor sensible en calor latente por "evaporación instantánea".

La presente invención utiliza al menos dos zonas de reacción catalíticas de lecho fijo que tienen medios de separación y una zona de desasfaltado entre ellas. Aunque las composiciones catalíticas serán de características físicas y químicas diferentes en muchos casos, pueden ser idénticas. De cualquier modo, las composiciones catalíticas utilizadas en el presente procedimiento de combinación comprenden componentes metálicos seleccionados de entre los metales de los Grupos VI-B y VIII de la Tabla Periódica, y compuestos de los mismos. Así, de acuerdo con la Tabla Periódica de los Elementos, E.H. Sargent and Co., 1964, son componentes metálicos adecuados los seleccionados del grupo constituido por cromo, molibdeno, wolframio, hierro, rutenio,

409365

-6 D



osmio, cobalto, rodio, iridio, níquel, paladio y platino. Adicionalmente, recientes investigaciones han indicado que las composiciones catalíticas para utilización con materiales de alimentación de contenido de azufre excesivamente alto se mejoran mediante la incorporación de un componente de zinc y/o bismuto. Si bien ni la composición exacta ni el método de fabricación de las diversas composiciones catalíticas se consideran esenciales en la presente invención, existen ciertos aspectos preferidos. Por ejemplo, dado que los materiales de carga para el presente procedimiento son extremadamente pesados, se prefiere que los componentes del catalizador posean cierta tendencia a producir hidrocraqueo al mismo tiempo que promueven la conversión de los compuestos de azufre en sulfuro de hidrógeno e hidrocarburos. La concentración del componente, o componentes, metálicos catalíticamente activos depende fundamentalmente del metal particular así como de las características físicas y/o químicas del material de carga. Por ejemplo, los componentes metálicos del Grupo VI-B están presentes generalmente en una cantidad comprendida dentro del margen de aproximadamente 4,0% a aproximadamente 30,0% en peso, y los metales del grupo del hierro en una cantidad comprendida dentro del margen de aproximadamente 0,2% a aproximadamente 10,0% en peso, mientras



que los metales nobles del Grupo VIII están preferible-  
mente presentes en una cantidad comprendida dentro del  
margen de aproximadamente 0,1% a aproximadamente 5,0%  
en peso, todos los cuales están calculados como si es-  
5 tos componentes se encontrasen en la composición cata-  
lítica en el estado elemental. En muchos casos, en par-  
ticular cuando se tratan materiales de carga de natura  
leza hidrocarburada más pesados que contienen una can-  
tidad importante de hidrocarburos que hierven por enci-  
10 ma de una temperatura de aproximadamente 510°C, el ma-  
terial soporte comprenderá un aluminosilicato cristali-  
no, o un tamiz molecular zeolítico. Tal material zeolí-  
tico incluye mordenita, faujasita, tamices moleculares  
de Tipo A o de Tipo U, etc. Aunque las zeolitas se pue-  
15 den emplear en un estado sustancialmente puro, se con-  
sidera que las mismas pueden estar incluidas en una ma-  
triz amorfa tal como sílice, alúmina, y mezclas de alú-  
mina y sílice. Adicionalmente, se considera que la com-  
posición catalítica puede tener un componente de haló-  
20 geno incorporado en ella, seleccionándose tal componen-  
te de entre flúor, cloro, yodo, bromo y mezclas de los  
mismos. El halógeno se incorporará al material soporte  
de tal manera que de como resultado una composición ca-  
talítica final que contenga desde aproximadamente 0,1%  
25 a aproximadamente 2,0% en peso del componente de halóge-

409365



no, calculado como elemento.

Los componentes metálicos se pueden incorporar en la composición catalítica de cualquier manera adecuada que incluya coprecipitación o cogelificación con el material soporte, intercambio de ion, o impregnación del  
5 material soporte, bien sea antes o después de la calcinación. A continuación de la incorporación de los componentes metálicos, el material soporte se seca y se somete a una técnica de calcinación u oxidación a alta temperatura,  
10 estando comprendida dicha temperatura entre aproximadamente 399°C y aproximadamente 704°C. Cuando se utiliza un aluminosilicato cristalino en el material soporte, el límite superior para la técnica de calcinación es preferiblemente de aproximadamente 538°C.

15 Con respecto a las condiciones de operación impuestas en las zonas de reacción catalíticas, aquéllas se seleccionan fundamentalmente para efectuar la conversión de compuestos de azufre en sulfuro de hidrógeno e hidrocarburos. En general, las condiciones impuestas en  
20 la segunda zona de reacción darán como resultado una mayor severidad de operación. Sin embargo, los márgenes apropiados para las diversas variables de operación serán los mismos en ambos sistemas de reacción. Así, las presiones estarán comprendidas entre aproximadamente 35  
25 y aproximadamente 246 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, y preferible-

490365

26 D:



mente entre 70 y aproximadamente 176 kg/cm<sup>2</sup> manométricos. La temperatura máxima del lecho catalítico no debería exceder de 482°C en un grado importante, siendo preferiblemente el límite inferior 316°C. Como las

5 reacciones que tienen lugar son principalmente exotérmicas, se experimentará un gradiente de temperatura creciente a medida que las sustancias reaccionantes atraviesan el lecho catalítico. Las técnicas de operación preferidas dictan que el gradiente de elevación de

10 la temperatura se limite a un máximo de 55°C. Con objeto de controlar el gradiente de temperatura, está dentro del alcance de la presente invención emplear corrientes de enfriamiento rápido, bien sean normalmente líquidas, o normalmente gaseosas, en uno o más puntos

15 intermedios del lecho catalítico. La concentración de hidrógeno se expresa en "metros cúbicos en condiciones normales por metro cúbico de material de carga", y generalmente estará comprendida dentro del margen de aproximadamente 267 a aproximadamente 5340. Las velocidades

20 espaciales horarias del líquido, definidas como volúmenes de hidrocarburos normalmente líquidos cargados por hora y por volumen de catalizador existente en la zona de reacción dada, estarán comprendidas entre 0,25 y aproximadamente 2,50.

25 El efluente de la primera zona de reacción se

29.11.72

409303



introduce, sustancialmente a la misma presión, en un separador caliente que se halla sustancialmente a la misma temperatura, o después de enfriar a un nivel que no sea sustancialmente inferior a aproximadamente 316°C.

5 Se recupera una fase que se halla principalmente en estado de vapor, la cual sirve como una porción de la alimentación a la segunda zona de reacción. Aunque la fase líquida se puede introducir directamente en la zona de desasfaltado, una técnica preferida utiliza  
10 una segunda zona de separación, sustancialmente a la misma temperatura, pero a una presión notablemente más baja, inferior a aproximadamente 14 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, y preferiblemente inferior a la presión atmosférica, con el fin de recuperar sustancias destilables  
15 adicionales y de concentrar adicionalmente los afaltenos. Para este propósito, es sumamente adecuada una columna clásica de destilación a vacío. Las sustancias destilables adicionales y el aceite desasfaltado se introducen después en la segunda zona de reacción junto  
20 con la fase de vapor procedente del separador caliente.

El efluente de la segunda zona se separa para proporcionar una fase de vapor rica en hidrógeno para recirculación a la primera zona de reacción, preferiblemente después de la eliminación de sulfuro de  
25

400 500



hidrógeno, y para recuperar un producto de fuel oil de bajo contenido de azufre. La separación se efectúa sustancialmente a la misma presión y a una temperatura más baja, comprendida dentro del margen de 16°C a aproximadamente 60°C.

El presente procedimiento de combinación utiliza una zona de desasfaltado con disolvente, o zona de extracción por disolvente, para separar un concentrado asfáltico que no ha reaccionado de al menos una porción del efluente de la primera zona de reacción. Es preciso reconocer que la técnica anterior está repleta de un amplio espectro de métodos para efectuar el desasfaltado con disolventes de materiales de carga de naturaleza hidrocarburada que contienen asfaltenos. Debe entenderse que no se tiene intención alguna en esta solicitud de reivindicar el desasfaltado con disolventes más que en lo que respecta a su utilización como un elemento integral del procedimiento de combinación tal como se describe en esta Memoria. Se puede utilizar cualquier método adecuado de desasfaltado con disolvente conocido en la técnica anterior, varios ejemplos de los cuales se describen más adelante. Por razones de brevedad, sin embargo, no se hará intento alguno de tabular exhaustivamente la técnica del desasfaltado con disolventes.

400 365

-60



Como ilustrativa de tal técnica anterior se puede citar la Patente de los Estados Unidos Número 1.948.296 (Clase 208-4) en la que se describe un procedimiento de combinación en que la fracción asfáltica separada se mezcla con un aceite adecuado y se somete a oxidación para obtener un asfalto particularmente satisfactorio. Los disolventes descritos, para utilización en la precipitación de la fracción asfáltica, incluyen hidrocarburos de petróleo ligeros tales como nafta, gasolina natural, fracciones de petróleo ligeras compuestas de propano, n-butano e isobutano, ciertos alcoholes, éteres y mezclas de los mismos, etc.

La Patente de los Estados Unidos Nº 2.002.004 (Clase 208-14) implica un procedimiento de desasfaltado en dos etapas en el que la segunda etapa completa la precipitación de los asfaltos que se efectuó parcialmente en la primera etapa. Como se ha indicado previamente, los disolventes descritos incluyen nafta, gasolina, gasolina natural e hidrocarburos licuados normalmente gaseosos tales como etano, propano, butano y mezclas de los mismos.

La Patente de los Estados Unidos Nº 2.914.457 (Clase 208-79) describe un procedimiento de combinación múltiple que implica fraccionamiento, destilación a vacío, desasfaltado con disolventes, hidrogenación y refi

140937



no catalítico. De nuevo, los disolventes líquidos ade-  
cuados de desasfaltado incluyen hidrocarburos licuados  
normalmente gaseosos tales como propano, n-butano, iso-  
butano y mezclas de los mismos, así como etano, etile-  
5 no, propileno, n-butileno, isobutileno, pentano, iso-  
pentano, y mezclas de los mismos.

De acuerdo con la presente invención, el  
efluente de producto procedente de la zona de reacción  
inicial se separa para proporcionar una fase pesada  
10 normalmente líquida concentrada en asfaltenos. Al menos  
una porción de esta fase líquida pesada se introduce  
en una porción superior de una zona de desasfaltado  
con disolvente, en la que se pone en contacto en con-  
tracorriente con un disolvente selectivo apropiado que  
15 se introduce en una porción inferior de aquélla. La  
zona de desasfaltado con disolvente trabajará a una  
temperatura comprendida dentro del margen de aproxima-  
damente 10°C a aproximadamente 260°C, y preferiblemen-  
te de aproximadamente 38°C a aproximadamente 149°C; la  
20 presión se mantendrá dentro del margen de aproximadamen-  
te 7 a aproximadamente 70 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, y prefe-  
riblemente de aproximadamente 14 a aproximadamente 42  
kg/cm<sup>2</sup> manométricos. Las condiciones de operación exac-  
tas dependerán generalmente de las características fí-  
25 sicas del material de carga así como del disolvente se

1409365

-6



leccionado. En general, la temperatura y la presión se seleccionan para mantener la operación de desasfaltado en fase líquida, y para asegurar que sustancialmente la totalidad de los asfaltenos se separen en la fase pesada pobre en disolvente.

Los disolventes adecuados incluyen los que se han descrito en lo que antecede con respecto a métodos de desasfaltado de la técnica anterior. Así, se considera que el disolvente se seleccionará del grupo de hidrocarburos ligeros tales como etano, metano, propano, butano, isobutano, pentano, isopentano, neopentano, hexano, isohexano, heptano, los hidrocarburos mono-olefínicos correspondientes de los mismos, etc. Por lo demás, el disolvente puede ser una fracción de nafta normalmente líquida que contiene hidrocarburos que tienen desde aproximadamente 5 a aproximadamente 14 átomos de carbono por molécula, y preferiblemente una fracción de nafta que tenga un punto de ebullición final inferior a aproximadamente 93°C. La fase normalmente líquida rica en disolvente se introduce en un sistema adecuado de recuperación de disolvente, cuyos diseño y métodos se describen con todo detalle en la técnica anterior. Como se indica más adelante, la fase pesada pobre en disolvente se combina preferiblemente con el producto de fuel oil de bajo contenido de azufre con objeto de aumen

409365



tar el rendimiento volumétrico global.

DESCRIPCION DEL DIBUJO

Una realización de la presente invención se  
5 presenta en el dibujo que se adjunta por medio de un  
diagrama de flujo simplificado en el que se han omiti-  
do detalles tales como bombas, instrumentación y contro-  
les, circuitos de intercambio de calor y de recupera-  
ción de calor, válvulas, tuberías de puesta en marcha  
10 y equipo similar, por no ser esenciales para una compren-  
sión de las técnicas implicadas. La utilización de ta-  
les accesorios diversos, para modificar el flujo del  
procedimiento ilustrado, está totalmente dentro del al-  
cance de los expertos en la técnica de las operaciones  
15 y métodos de refinado de petróleo. Haciendo referencia  
ahora al dibujo, se describirá la realización ilustra-  
da en conexión con una instalación de escala industrial  
que trata una fracción que hierve por encima de los  
250°C, procedente de crudo de petróleo de Kuwait. El ma-  
20 terial de carga, que tiene una densidad de 18,9° API,  
y que contiene 3,50% en peso de azufre, se introduce en  
el procedimiento por la tubería 1, mezclándose con una  
fase gaseosa de recirculación rica en hidrógeno en la  
tubería 2, e introduciéndose por la tubería 3 hidrógeno  
25 de complemento para sustituir al consumido en el proce-

29.11.72

409365



dimiento global. El caudal de alimentación de material de carga es de 10868 m<sup>3</sup>/día, la concentración de hidrógeno es aproximadamente de 890 m<sup>3</sup>N/m<sup>3</sup> de material de carga, y la mezcla continúa su paso por la tubería 2 hasta la zona de reacción 4. El objeto deseado es recuperar una cantidad máxima de fuel oil que tenga un contenido de azufre menor de aproximadamente 0,5% en peso.

La presión impuesta en la zona de reacción 4 es aproximadamente de 140 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, y la velocidad espacial horaria del líquido es 0,6. La temperatura de entrada en el lecho de catalizador se controla para mantener la temperatura de reacción máxima en un nivel de aproximadamente 371°C. La zona de reacción 4 contiene una composición catalítica constituida por un material soporte de alúmina, aproximadamente 5,0% en peso de níquel y aproximadamente 11,0% en peso de molibdeno.

El efluente total producido en la reacción se retira por la tubería 5 y se introduce por ella en el separador caliente 6 sustancialmente a la misma presión, y a una temperatura de aproximadamente 427°C. La fase normalmente líquida, en una cantidad de 8661 m<sup>3</sup>/día, se retira del separador caliente 6 por la tubería 7, y se introduce en la columna de vacío 8 a una temperatura de

409365



aproximadamente 424°C; la columna de vacío trabaja a  
aproximadamente 25 mm de Hg absolutos, mediante la uti-  
lización de eyectores de vacío normales no ilustrados  
en el dibujo. El residuo de vacío, en una cantidad de  
5 aproximadamente 2710 m<sup>3</sup>/día, se retira por la tubería  
9 y se introduce en la zona de desasfaltado 10, en la  
que el mismo se pone en contacto en contracorriente con  
un disolvente constituido por una mezcla de n-butano e  
isobutano. Un concentrado que contiene los asfaltenos,  
10 en una cantidad de aproximadamente 382 m<sup>3</sup>/día, se reti-  
ra de la zona de desasfaltado 10 por la tubería 11.

La fase que se halla principalmente en esta-  
do de vapor retirada del separador caliente 6 por la  
tubería 12, se mezcla con el gasoil de vacío (5951  
15 m<sup>3</sup>/día) en la tubería 13 y con el aceite desasfaltado  
(2327 m<sup>3</sup>/día) en la tubería 14, continuando la mezcla  
su camino por la tubería 12 hasta la zona de reacción  
15.

El catalizador dispuesto en la zona de reac-  
20 ción 15 es idéntico al existente en la zona de reac-  
ción 4. La presión en la zona de reacción 15 es aproxi-  
madamente de 133 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, controlándose la  
temperatura máxima del lecho de catalizador a un nivel  
de aproximadamente 427°C, en tanto que la velocidad es  
25 pacial horaria del líquido a su través es de aproxima-

409365



damente 1,20. El efluente de producto se retira por la tubería 16, y se introduce en el separador frío 17, en el que el mismo se separa para proporcionar la fase gaseosa rica en hidrógeno por la tubería 2 y una corriente de producto normalmente líquido por la tubería 18. El separador frío 2 sirve como punto focal para control de la presión en el sistema. Antes de ser introducido en el separador frío 17, el efluente de producto de la tubería 16 se utiliza como medio de intercambio de calor, y posteriormente se enfría a una temperatura de aproximadamente 32°C.

Como se ilustra, en una realización preferida, la fase normalmente líquida de la tubería 18 se mezcla con el concentrado de asfaltenos de la tubería 11, de cuya mezcla se recupera el producto de crudo de petróleo deseado en medios de fraccionamiento no ilustrados en el dibujo que se adjunta. Con respecto al petróleo crudo de Kuwait "reducido" original, mediante la utilización del presente procedimiento de combinación, se recuperan 10651 m<sup>3</sup>/día (98,0% en volumen) de fuel oil que hierve por encima de 204°C, cuya concentración de azufre es 0,3% en peso.

25

29.11.72

409365

-6 DIC



5

- REIVINDICACIONES -

10                    1.- Un procedimiento para producir fuel oil  
que contiene menos de aproximadamente 1,0% en peso de  
azufre, a partir de un material de carga de naturaleza  
hidrocarburada, asfáltico, que contiene más de aproxi-  
madamente 2,0% en peso de azufre, procedimiento que  
15 comprende las operaciones de: (a) hacer reaccionar di-  
cho material de carga e hidrógeno, en una primera zona  
de reacción catalítica, en condiciones de desulfuración  
seleccionadas para convertir los compuestos de azufre  
en sulfuro de hidrógeno e hidrocarburos; (b) separar  
20 el efluente resultante de la primera zona de reacción,  
sustancialmente a la misma presión, en una primera zo-  
na de separación, para proporcionar una primera fase  
de vapor y una primera fase normalmente líquida; (c)  
desasfaltar al menos una porción de dicha primera fase  
25 líquida con un disolvente selectivo en una zona de ex-

29.11.72

- 23 -

*Key*

409365

-6 DIC



tracción con disolvente para proporcionar una fase normalmente líquida rica en disolvente y un concentrado de asfaltenos pobre en disolvente; (d) hacer reaccionar al menos una porción de dicha primera fase de vapor y dicha

5 fase líquida rica en disolvente con hidrógeno, en una segunda zona de reacción catalítica, en condiciones de desulfuración seleccionadas para convertir compuestos de azufre adicionales en sulfuro de hidrógeno e hidrocarburos; y, (e) separar el efluente resultante de la segunda

10 zona de reacción, en una segunda zona de separación, sustancialmente a la misma presión y a una temperatura comprendida entre 16°C y aproximadamente 60°C, para recuperar un producto de fuel oil que contiene menos de aproximadamente 1,0% en peso de azufre.

15 2.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado además por el hecho de que dicho concentrado de asfaltenos pobre en disolvente se mezcla con dicho producto de fuel oil.

20 3.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado además por el hecho de que dicha primera fase normalmente líquida se separa ulteriormente a una presión sustancialmente reducida, en una tercera zona de separación, para proporcionar una segunda fase de vapor y una segunda fase normalmente líquida, y dicha

25 segunda fase líquida se desasfalta en dicha zona de ex

Rey

409365



tracción con disolvente.

4.- El procedimiento de la reivindicación 3, caracterizado además por el hecho de que al menos una porción de dicha segunda fase de vapor se hace reaccionar en dicha segunda zona de reacción.

5  
10  
15  
5.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado además por el hecho de que dichas condiciones de desulfuración incluyen una presión de 35 a aproximadamente 245 kg/cm<sup>2</sup> manométricos, una temperatura máxima del lecho catalítico comprendida entre aproximadamente 316°C y aproximadamente 482°C, una concentración de hidrógeno comprendida dentro del margen de aproximadamente 267 a aproximadamente 5340 m<sup>3</sup>N/m<sup>3</sup> y una velocidad espacial horaria del líquido comprendida entre 0,25 y aproximadamente 2,50.

20  
6.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado además por el hecho de que dichas primera y segunda zonas de reacción tienen dispuestas en ellas una composición catalítica constituida por un material soporte poroso, un componente metálico del Grupo VI-B y un componente metálico del Grupo VIII.

25  
7.- El procedimiento de la reivindicación 1, caracterizado además por el hecho de que se retira una tercera fase de vapor de dicha segunda zona de separación y se recircula, al menos en parte, a dicha primera

29.11.72

- 25 -

Rey

409365



zona de reacción catalítica.

8.- Un procedimiento para producir fuel oil.

5 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.

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

Madrid, -6 DIC. 1972

P.A.

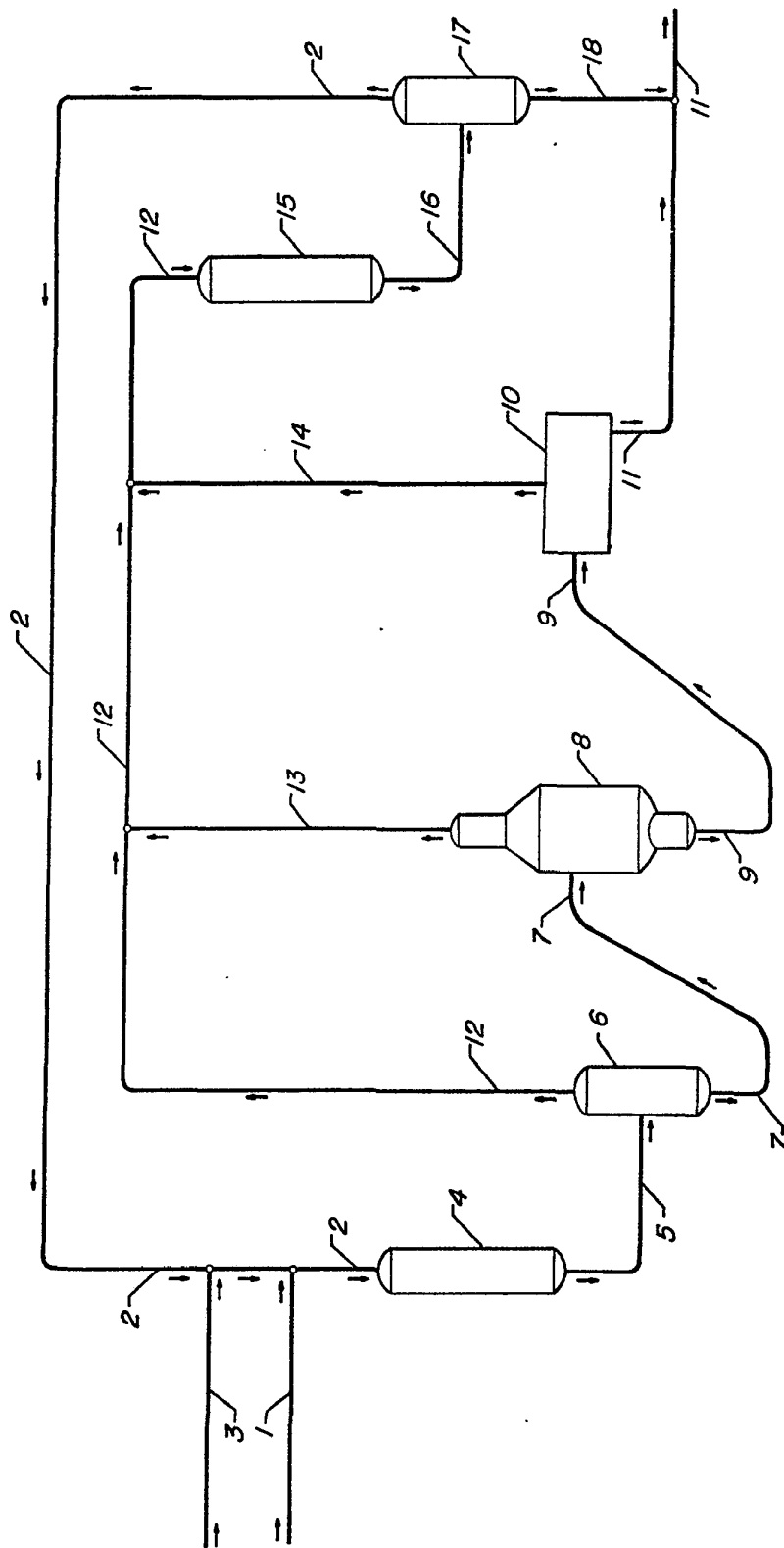
Alfredo de Elizalde  
Fériz

Rg

409365

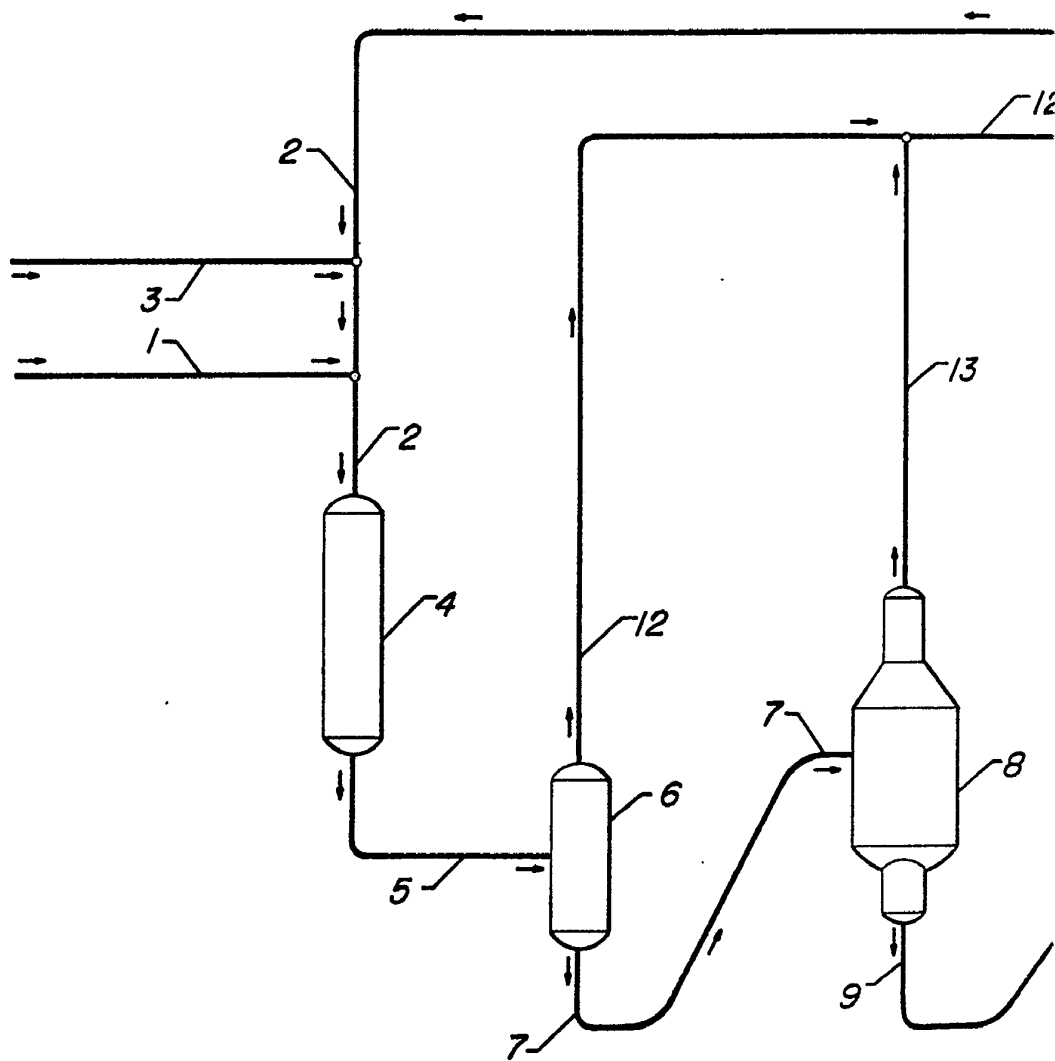
409365

6

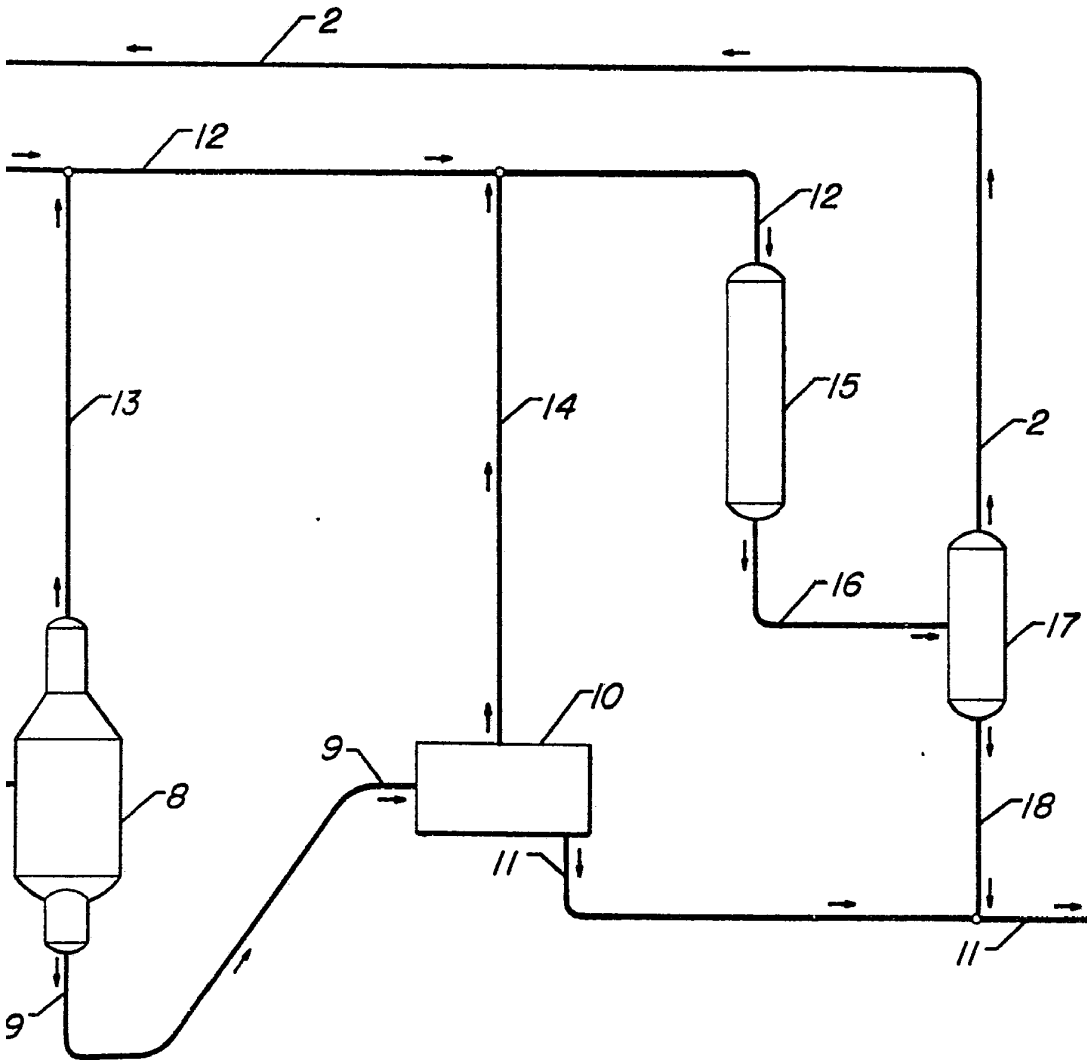


*W. L. G. J.*  
 W. L. G. J.  
 W. L. G. J.

409365



409 365



ALBERT W. MEASURES  
PAT. CONSULTANT