

411893



F.C. 4-4-75

Int. Cl.: B07D

411893

MEMORIA DESCRIPTIVA

correspondiente a la solicitud de concesión de una

PATENTE DE INVENCION

SOLICITANTE: METALLGESELLSCHAFT AKTIENGESELLSCHAFT

RESIDENCIA: Reuterweg 14, 6 FRANKFURT AM MAIN,

Alemania Occidental.

ENUNCIADO: UN PROCEDIMIENTO Y UNA COLUMNA DE DES

TILACION EXTRACTIVA PARA LA RECUPERA

CION DE ENERGIA TERMICA.

Prioridad: Patente alemana P 22 08 195.4 del 22.2.72

411893



1 El invento se refiere a un procedimiento para la recu-
peración de energía térmica en la destilación extractiva con
un disolvente selectivo en una columna de destilación ex-
tractiva y la separación de la sustancia extraída y el di-
5 solvente en una columna destiladora del disolvente, separada
de la columna de destilación extractiva.

Es sabido que en toda destilación reina una caída de
temperatura entre la cabeza y la base. En la destilación
normal, el perfil de temperatura tiene una forma tal, que
10 la variación de temperatura en las proximidades del plato
es la máxima, mientras que se hace menor hacia los extremos
de la columna. Entre la temperatura en la base y en el plato
primero no existe en la destilación normal apenas una dife-
rencia de temperatura. El calor específico que hay que apor-
15 tar para calentar el producto de la base desde la temperatu-
ra del plato hasta la temperatura de la base, es por lo ge-
neral poco en relación con el calor de evaporación que se
precisa para la separación. Por este motivo no es un inter-
cambio de calor rentable en la mayoría de los casos.

20 Si el producto de partida de una destilación consiste
en dos componentes con una diferencia grande de puntos de
ebullición y un exceso del componente de punto de ebullición
más alto, entonces el calor para el caldeo del producto de
la base a la temperatura de la base es ya de importancia con-
25 siderable frente al calor de evaporación. Este calor tiene
que ser aportado por el calor de condensación del vapor as-
cendente, que con ello se condensa, por lo que ya no está a
disposición para la relación precisa de reflujo en la cabeza
de la columna. Estas destilaciones se presentan en la sepa-
30 ración de una sustancia extraída y el disolvente después de

411893

- 3 -

21



1 una destilación extractiva, o también después de una extrac-
ción. Para este caso de aplicación han sido propuestos por
lo tanto también procedimientos de intercambio de calor, por
ejemplo en la solicitud de patente alemana publicada y exa-
5 minada nº 1.254.586, y en el "Koppers-Bericht 333 A" (Hein-
rich Koppers GmbH, 43 Essen, Moltkestrasse 29; septiembre
1969).

En este tipo del intercambio de calor es preciso traba-
jar con varios intercambiadores de calor, debido a que la
10 diferencia de temperatura entre dos platos es en cada caso
tan solo pequeña. Además se disminuye por este procedimiento
la cantidad de vapor ascendente desde la base, de modo que
éste ya no está disponible en su cantidad total para el in-
tercambio de sustancia. Con ello empeora la pureza del pro-
15 ducto de la base, o bien hay que instalar más platos para ob-
tener la misma pureza que se obtendría sin la aplicación del
intercambio de calor.

Ante la natural sorpresa se ha podido comprobar -lo que
hasta ahora no era conocido- que el perfil de la temperatura
20 de una destilación extractiva tiene un aspecto sustancial-
mente distinto que en una destilación normal. En efecto, en
el curso de la columna de destilación extractiva reina tan
solo una diferencia de temperatura pequeña, de como máximo
5° C, casi siempre inferior a 2° C por cada plato; mientras
25 que entre la base y el plato extremo inferior se produce una
diferencia de temperatura de 20 a 40° C. Cuando en una des-
tilación extractiva la pureza del componente a obtener se
consigue en la base, entonces la relación entre el vapor as-
cendente y el líquido fluyente hacia abajo es decisiva para
30 la pureza conseguida. Un intercambio de calor dentro de la

411893

- 4 -

21



1 columna de destilación extractiva podría por lo tanto tener
unicamente como objeto el no reducir la cantidad del vapor
ascendente. Ahora bien, no es muy perjudicial el que parte
del vapor ascendente no llegue a la cabeza de la columna por
5 haber sido consumido su calor de condensación para el caldeo
del líquido fluyente hacia abajo, ya que a la cabeza de una
destilación extractiva no se le exige a menudo una gran pu-
reza, por ejemplo, cuando se trata de la obtención de sus-
tancias aromáticas puras. Por el contrario, la energía térmica
10 que se consume para calentar el producto descendente desde
la temperatura del primer plato hasta la temperatura de ebu-
llición de la cola, se pierde totalmente para el intercambio
de sustancia, por lo que puede ser aportada sin inconvenien-
te mediante intercambio de calor.

15 Estas condiciones previas vienen dadas, por ejemplo, en
la extracción de sustancias aromáticas, designándose la co-
lumna de destilación extractiva como columna de reflujo de
extracto. El intercambio de calor tiene lugar entonces entre
el plato extremo inferior y la base de la columna de reflujo
20 de extracto.

El invento se ha propuesto recuperar de manera sencilla
energía térmica en la destilación extractiva con un disol-
vente selectivo en una columna de destilación extractiva y
en la separación de las sustancias extraídas y el disolvente
25 en una columna destiladora del disolvente, separada de la co-
lumna de destilación extractiva.

Este problema se resuelve conforme al invento, por el
hecho de que del plato extremo inferior de una columna de
destilación extractiva provista de hervidor caldeado se ex-
trae el producto, aportándose a este producto calor con el
30

411893

- 5 -

21 FEB



1 disolvente regenerado, extraído en estado líquido y caliente
de la base de la columna de destilación extractiva, mediante
intercambio indirecto de calor. Con ello se calienta el pro-
ducto, y se evapora parte de los componentes fácilmente vo-
5 látiles.

De acuerdo con otro perfeccionamiento del invento se
alimenta al hervidor de la columna de destilación extractiva
unicamente el producto saliente del plato extremo inferior
que previamente ha sido sometido al intercambio indirecto de
10 calor con el disolvente líquido caliente.

Es especialmente ventajoso extraer de la base de la co-
luna de destilación extractiva únicamente el producto que ha
pasado previamente por el hervidor caldeado por el portador
de calor.

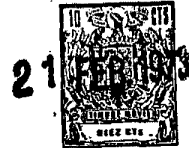
15 Como portador de calor para el hervidor se pueden utili-
zar energía eléctrica, aceite caliente o gases calientes.
Ahora bien, dentro del marco del invento se prefiere vapor de
agua como portador de calor.

20 El disolvente caliente procedente de la base de la co-
luna de destilación extractiva puede ser conducido desde
abajo hacia arriba a través del intercambiador de calor. No
obstante resulta especialmente ventajoso conducirlo desde
arriba hacia abajo y obtener así una contracorriente con res-
pecto al producto a caldear, que sale del plato extremo in-
25 ferior. En este caso es conveniente instalar una válvula de
ventilación en el intercambiador de calor.

30 El procedimiento conforme al invento puede ser aplicado
también cuando el producto de cabeza de la destilación ex-
tractiva es conducido en una extracción, siendo indiferente
que el producto de partida para la instalación sea alimenta-

411893

- 6 -



1 tado a la destilación extractiva o a la extracción.

El procedimiento conforme al invento puede ser aplicado de manera especialmente ventajosa a la obtención de aromáticos puros.

5 Una columna de destilación extractiva apropiada para la puesta en práctica del procedimiento conforme al invento, está equipada con un hervidor en la base de la columna caldeado con un portador de calor. Está caracterizada por el intercambiador de calor 1, por cuyo lado cedente de calor
10 fluye el disolvente regenerado caliente, y a cuyo lado receptor de calor es alimentada mezcla de disolvente y extracto mediante la chapa directriz 2 existente en el pozo de salida 3 del plato extremo inferior 4 de la columna; por el tubo superior de empalme 6 y el tubo 7 que conduce desde el
15 intercambiador de calor 1 al espacio de salida 8 de la columna, del que está protegido el espacio 10 de la base mediante el tabique de separación 9, y por el tubo 11 que, a través del tabique de separación 9, desemboca en el espacio 10 de la base, procedente del empalme superior del hervidor 12,
20 caldeado con un portador de calor.

Un ejemplo de realización del invento ha sido representado en los dibujos y será descrito con más detalle en los siguientes ejemplos del procedimiento, mostrando:

25 La fig. 1, de manera esquemática y a manera de ejemplo, un esquema de la circulación del procedimiento conforme al invento y el dispositivo propuesto para la puesta en práctica del procedimiento, en una representación simplificada;

30 la fig. 2, de manera esquemática y a manera de ejemplo, un esquema de la circulación conforme al invento empleando el procedimiento en combinación con una extracción, y el dis-



1 positivo propuesto para la puesta en práctica del procedi-
miento, en una representación simplificada;

la fig. 3, una parte de la fig. 1 con parte de la co-
luna de destilación extractiva conforme al invento, en la
5 que el disolvente es conducido desde abajo hacia arriba a
través del intercambiador de calor;

la fig. 4, una parte de la fig. 1 con parte de la co-
luna de destilación extractiva conforme al invento, en la
que el disolvente es conducido desde arriba hacia abajo, a
10 contracorriente del producto que sale del plato extremo in-
ferior.

En las figs. significan: 1 el intercambiador de calor,
2 una chapa directriz, 3 el pozo de salida de la columna de
destilación extractiva 13, 4 el plato extremo inferior de la
15 columna, 5 el tubo de empalme inferior para la alimentación
de la mezcla de disolvente y extracto, 6 el tubo de empalme
superior con el tubo 7 para la evacuación de la mezcla de
disolvente y extracto contenida en el intercambiador de ca-
lor 1 y conducirla al espacio de salida 8 de la columna, y 9
20 un tabique de separación para proteger el espacio 10 de la
base; 11 significa el tubo que desemboca hasta más allá del
tabique de separación 9; y 12 el hervidor caldeado con un
portador de calor. Con 14 ha sido designada una conducción
que transporta el disolvente regenerado, caliente y líquido,
25 conduciéndolo en 15 al intercambiador de calor 1; en 27 abar-
dona el disolvente el intercambiador de calor 1; 16 repre-
senta la columna destiladora del disolvente, y 17 una conduc-
ción para conducir la mezcla de disolvente y extracto a la
columna destiladora 16 del disolvente. En 18 se carga en la
30 columna de destilación extractiva la mezcla a separar, y a

411893

- 8 -

21



1 través de la conducción 19, el disolvente selectivo, mientras
que en 20 se retira el producto de cabeza, parte del cual se
vuelve a introducir de nuevo en la cabeza de la columna de
destilación extractiva 13, mientras que la otra parte, o bien
5 la cantidad total también, es evacuada en 28 como producto refina-
do, o bien conducida en una extracción. Con 22, 23, 24, 25 y
26 han sido designados puntos de medición de la temperatura;
29 es un intercambiador de calor para precalentar y eventual-
mente evaporar el producto de partida con disolvente calien-
te, y 30 es una válvula de ventilación del intercambiador de
10 calor 1. En 31 abandona el disolvente la instalación de des-
tilación extractiva, fluyendo a la extracción. En 32 penetra
en la columna de destilación extractiva una mezcla de disol-
vente y materias extraídas, procedente de la extracción.

15 Ejemplo 1

En una instalación conforme a la fig. 1 se obtiene me-
diante destilación extractiva benceno puro a partir de la
fracción bencénica de una bencina de pirolisis. En la columna
de destilación extractiva 13 se cargan a la hora 1,35 t de la
20 fracción bencénica bruta a través de 18. En el extremo supe-
rior de la columna se carga a través de 19 N-metilpirrolido-
na en calidad de agente extractor selectivo. Para un conteni-
do de benceno de 75 % en peso en el producto de partida, se
cargan por cada tonelada de producto de partida 4,2 t de di-
25 solvente, y respectivamente 5,7 t por cada tonelada de bence-
no puro. En 28 se obtienen a la hora, como producto de cabe-
za de la destilación extractiva, 350 kg de producto refinado
en el que todavía existen 20 kg de benceno. Del espacio 10
de la base de la columna de destilación extractiva se saca la
30 fase de extracto, consistente en 5700 kg de N-metilpirroli-

411893

- 9 -



1 dona y 1000 kg de benceno, trasladándose a través de 17 a,
la columna 16 destiladora del disolvente. En ésta se desti-
la como cabeza el benceno puro, mientras que el disolvente
selectivo es sacado como producto de cola con una temperatu-
5 ra de 175° C, medida en 22.

El producto de salida del plato extremo inferior 4 con-
tiene 5700 kg de disolvente y 4000 kg de benceno. Hierve a
110° C. De los 4000 kg de benceno se evaporan 3000 kg, para
lo que son precisas 270.000 kcal. El producto que abandona
10 la base tiene una temperatura de ebullición de 140° C. Para
recalentar este producto desde 110° C hasta 140° C son nece-
sarias otras 100.000 kcal. En total hay que emplear por lo
tanto 370.000 kcal. El disolvente caliente procedente de la
base de la columna destiladora 16 fluye a través del inter-
cambiador de calor 1 desde abajo hacia arriba (fig. 3), y lo
15 abandona a 130° C. La mezcla saliente del plato extremo in-
ferior, consistente en disolvente y benceno, es calentada
con ello a 116° C, evaporándose 1150 kg de benceno. De este
modo son intercambiadas 130.000 kcal de calor, es decir, 35 %
20 del calor total. Las 240.000 kcal restantes son aportadas
mediante el caldeo del hervidor 12 con 0,5 t de vapor vivo.

Ejemplo 2

En una instalación conforme a las figs. 1 y 4, la canti-
dad y composición del producto de partida, la cantidad y cla-
se del disolvente agregado, así como la cantidad de calor
25 aportada en total a la base, son las mismas que en el ejem-
plo 1. Por consiguiente es también la temperatura en el pla-
to extremo inferior y en la base la misma que en el ejemplo
1. El intercambiador térmico 1, en cambio, es recorrido por
30 el disolvente 14 a través de 14 desde arriba hacia abajo y,

411893



1 por lo tanto, en contracorriente con respecto al producto que
fluye del primer plato. El disolvente puede ser enfriado con
ello hasta 119° C, mientras que el producto saliente del pla-
to extremo inferior es, caldeado hasta 119° C. Con ello se
5 evaporan 1450 kg de benceno. De este modo se intercambian
160.000 kcal de calor, o sea 43 % del calor total de 370.000
kcal. Las 210.000 kcal todavía precisas son alimentadas en
forma de 0,45 t de vapor vivo en el hervidor 12.

Ejemplo 3

10 En una instalación conforme a la fig. 2, se obtienen
aromáticos puros a partir del extracto de una extracción de
aromáticos. A la destilación extractiva 13 son alimentados
en 32 a la hora 6000 kg de una mezcla consistente en 4000 kg
butirolactona en calidad de disolvente selectivo, 1500 kg de
15 aromáticos, a saber, benceno, tolueno y xilol, y 500 kg₁ de
no aromáticos. En 28 abandona la columna de destilación ex-
tractiva una mezcla de 500 kg de aromáticos (principalmente
benceno) y 500 kg de no aromáticos, en calidad de producto
de cabeza, siendo devuelta a la extracción. Del espacio 10
20 de la base se retira una mezcla de 4000 kg de butirolactona
y 1000 kg de aromáticos que, a través de 17, es bombeada a
la columna 16 destiladora del disolvente. En ésta son desti-
lados los aromáticos como cabezas, mientras que el disolven-
te butirolactona es retirado como producto de cola con una
25 temperatura de 175° C, medida en 22. El producto de salida
del plato extremo inferior, 4 de la columna de destilación ex-
tractiva 13 contiene 4000 kg de butirolactona y 3300 kg de
aromáticos. Hierve a 125° C. De los 3300 kg de aromáticos,
se evaporan 2300 kg, para lo que son precisas 200.000 kcal.
30 El producto que abandona la base tiene una temperatura de

411893

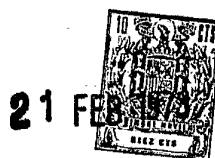
- 11 -



1 ebullición de 150° C. Para recalentar este producto desde
125 $^{\circ}$ C hasta 150° C se precisan otras 70.000 kcal. En total
hay que aportar por lo tanto 270.000 kcal. El disolvente ca-
liente procedente de la base de la columna destiladora 16
5 fluye a través de la conducción 14 y recorre entonces el in-
tercambiador de calor 1 desde arriba hacia abajo, abandonán-
dolo en 27 con una temperatura de 135° C, para después fluir
a la extracción a través de 31. La mezcla saliente del plato
extremo inferior 4, consistente en disolvente y aromáticos,
10 se caldea con ello a 130° C, evaporándose 700 kg de aromáti-
cos. De este modo son intercambiadas 80.000 kcal de calor, o
sea, 30 % del calor total. Las 190.000 kcal restantes son
aportadas mediante el caldeo del hervidor 12 con 0,4 t de
vapor vivo.

15 Las ventajas conseguidas con el invento consisten espe-
cialmente en que se consigue ahorrar calor de manera sencii-
lla, para lo cual la energía térmica contenida en el disol-
vente regenerado caliente es transmitida en intercambio in-
directo de calor al producto saliente del plato extremo infe-
20 rior de la columna de destilación extractiva. Esta transmi-
sión del calor tiene lugar fuera de la columna de destila-
ción extractiva, en el intercambiador de calor, de modo que
el producto está caldeado a una temperatura correspondiente-
mente alta, evaporándose en parte ya antes de volver a la
25 base de la columna. La columna de destilación extractiva pre-
cisa para la puesta en práctica del procedimiento conforme
al invento es de forma sencilla, y no precisa ninguna vigi-
lancia especial. En lugar de los numerosos intercambiadores
de calor usuales en el intercambio de calor de la columna
30 destiladora del disolvente, es preciso tan solo uno. Para el

411893



1 precalentamiento y la eventual evaporación del producto de
partida se puede seguir aprovechando todavía el calor que
después del intercambio de calor con el producto de salida
del primer plato se encuentra entonces en el disolvente a un
5 nivel más bajo de temperatura.

En resumen, la Patente de Invención que se solicita de-
berá recaer sobre las siguientes reivindicaciones:

REIVINDICACIONES

10 1. Un procedimiento y una columna de destilación extrac-
tiva para la recuperación de energía térmica en la destila-
ción extractiva con un disolvente selectivo en una columna
de destilación extractiva y la separación de las sustancias
extraídas y el disolvente en una columna destiladora del di-
solvente, separada de la columna de destilación extractiva,
15 caracterizado el procedimiento porque del plato extremo in-
ferior de una columna de destilación extractiva provista de
un hervidor caldeado se extrae el producto, aportándose a
este producto calor con el disolvente regenerado, extraído
en estado líquido y caliente de la base de la columna de
20 destilación extractiva mediante intercambio indirecto de calor.

25 2. Un procedimiento de acuerdo con la reivindicación
1, caracterizado porque al hervidor de la columna de desti-
lación extractiva le es alimentado únicamente el producto
saliente del plato extremo inferior que previamente ha sido
sometido al intercambio indirecto de calor con el disolvente
líquido caliente.

30 3. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicacio-
nes 1 y 2, caracterizado porque de la base de la columna de
destilación extractiva se retira únicamente el producto que
previamente ha pasado por el hervidor caldeado con portado-

411893



1
5
10
15
20
25
30

res de calor.

4. Un procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 3, caracterizado porque el hervidor se caldea con vapor.

5. Un procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 4 precedentes, caracterizado porque el disolvente líquido caliente es conducido a contracorriente con respecto al producto saliente del plato extremo inferior.

6. Un procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 5 precedentes, caracterizado porque el producto de cabeza de la columna de destilación extractiva es conducido a una extracción.

7. Un procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 6 precedentes, caracterizado porque la columna de destilación extractiva es empleada para la obtención de aromáticos puros.

8. Un procedimiento de acuerdo con una o varias de las reivindicaciones 1 a 7 precedentes, caracterizado porque la columna de destilación extractiva se combina con una columna extractora de aromáticos, y porque la columna de destilación extractiva se emplea como columna de reflujo de extracto para esta extracción de aromáticos.

9. Una columna de destilación extractiva para la puesta en práctica del procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 a 6, con un hervidor en la base de la columna caldeado con portadores de calor, caracterizada por un intercambiador de calor, por cuyo lado cedente de calor fluye el disolvente regenerado caliente, y a cuyo lado receptor de calor le es alimentada, mediante la chapa directriz existente en el pozo de salida del plato extremo inferior de la columna, una

411893

-14 -



1 mezcla de disolvente y extracto a través del tubo inferior de
empalme; por un tubo superior de empalme y el tubo que con-
duce, desde el intercambiador de calor al espacio de salida
de la columna, del que está protegido el espacio 10 de la
5 base por un tabique de separación, y por un tubo que, pasan-
do por encima del tabique de separación, desemboca en el es-
pacio de la base, procediendo del empalme superior del hervi-
dor caldeado con portadores de calor.

10 10. Se reivindica por último como objeto sobre el
que ha de recaer la patente de invención que se solicita:
UN PROCEDIMIENTO Y UNA COLUMNA DE DESTILACION EXTRACTIVA PA
RA LA RECUPERACION DE ENERGIA TERMICA.

15 Todo conforme queda descrito y reivindicado en la pre
sente memoria descriptiva que consta de catorce páginas me-
canografiadas y dibujos adjuntos.

Madrid, 21 febrero 1.973

BERNARDO UNGRIA

P.P.

A handwritten signature in dark ink, appearing to read 'Bernardo', is written below the typed name. The signature is stylized and slanted to the right.

20

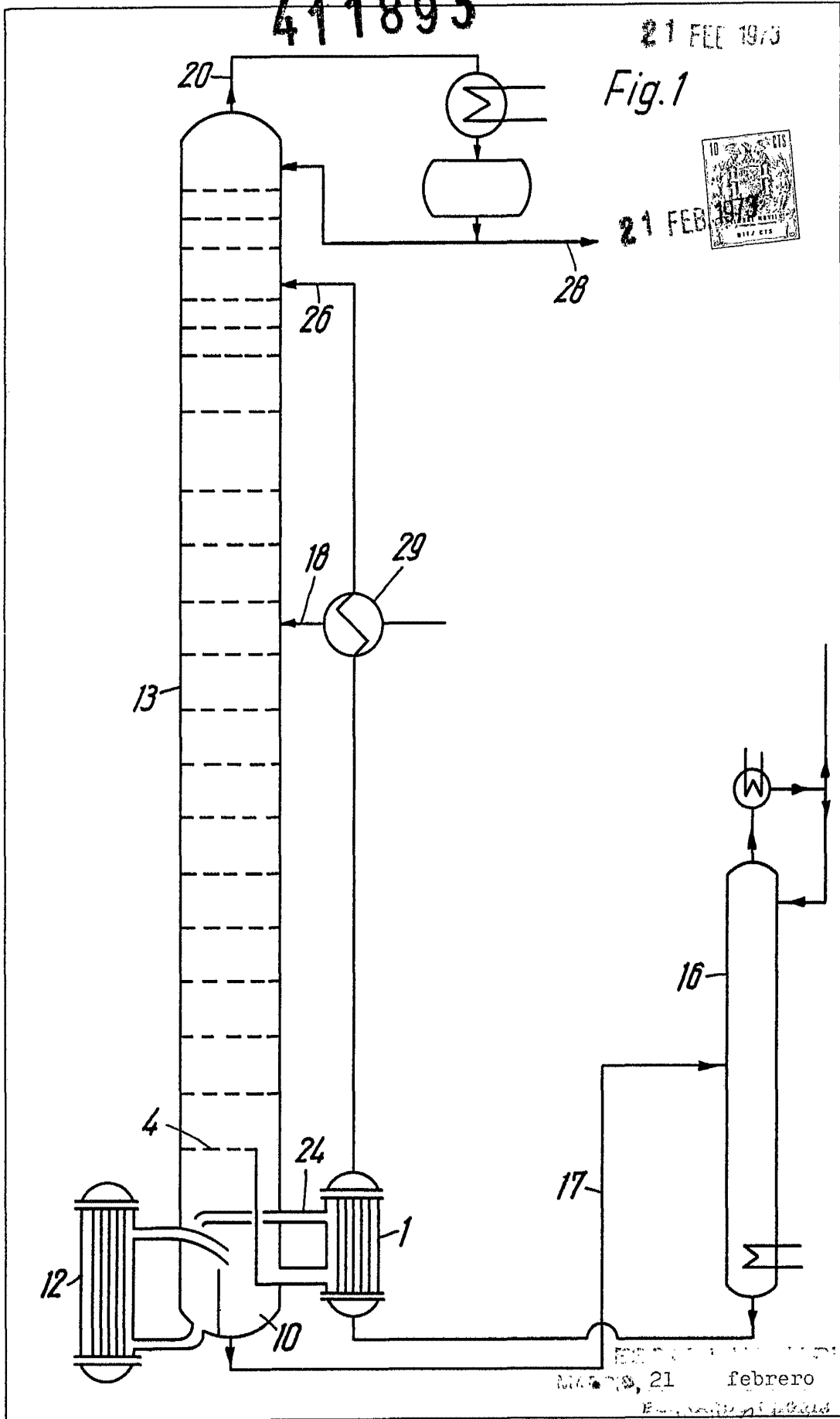
25

30

411893

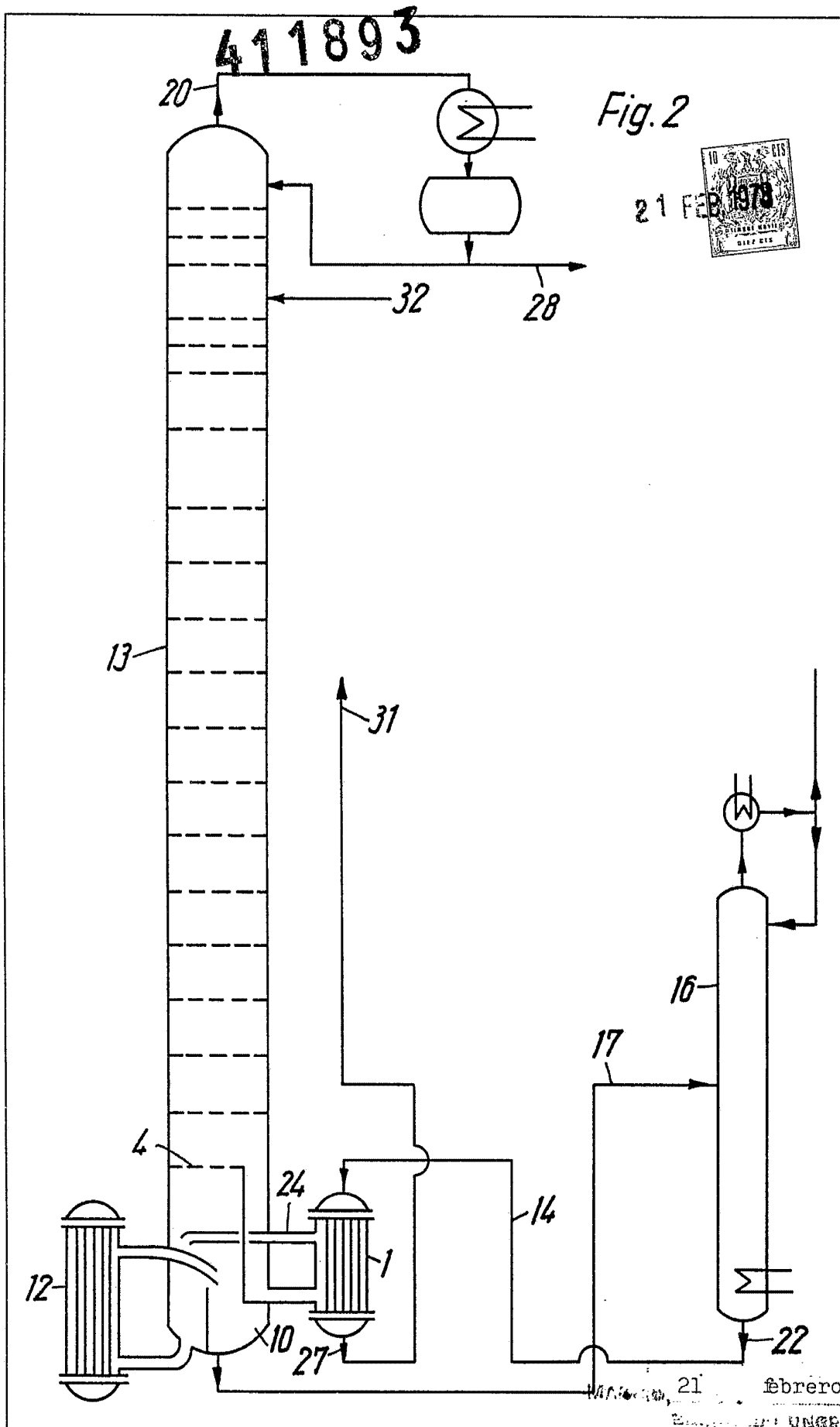
21 FEB 1973

Fig.1



MAR 20, 21 febrero 73

P.P.



411893

411893

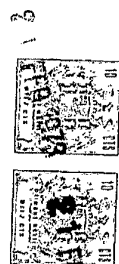
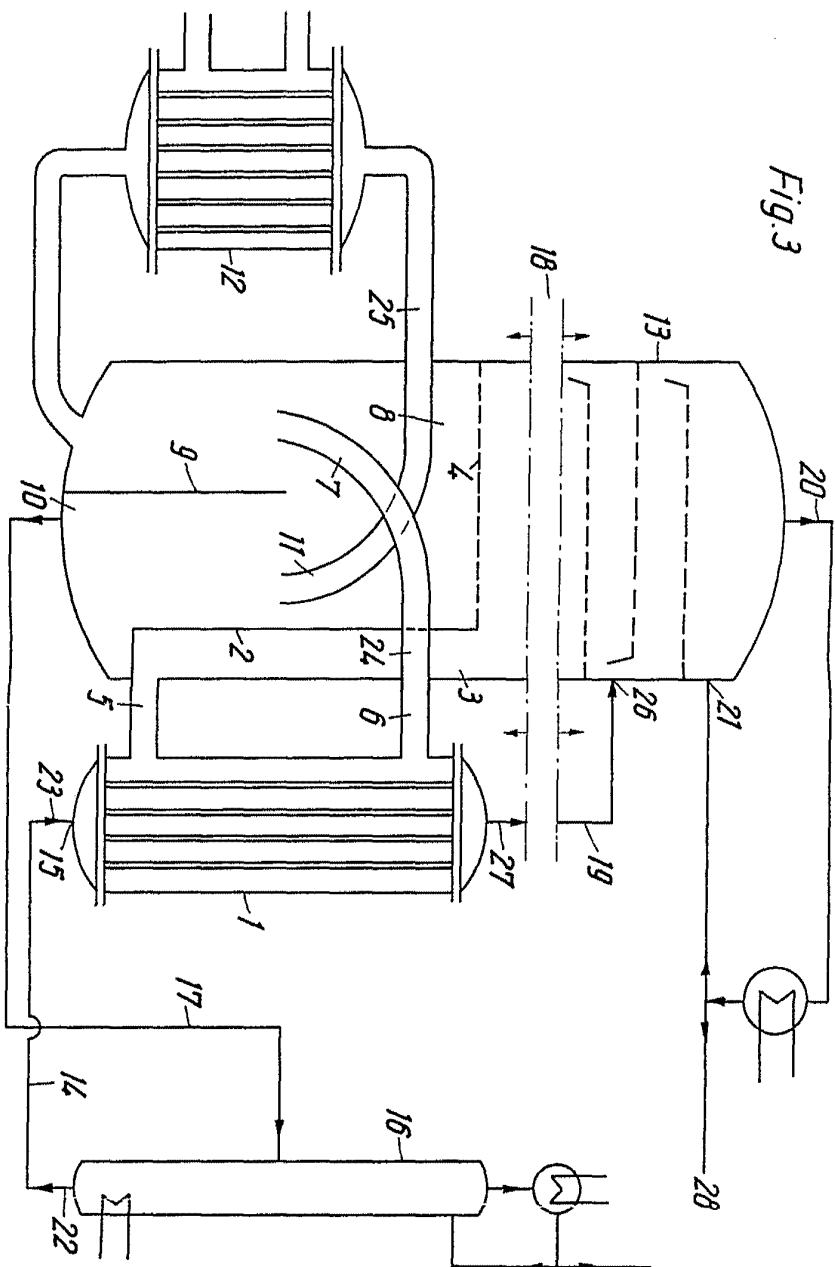


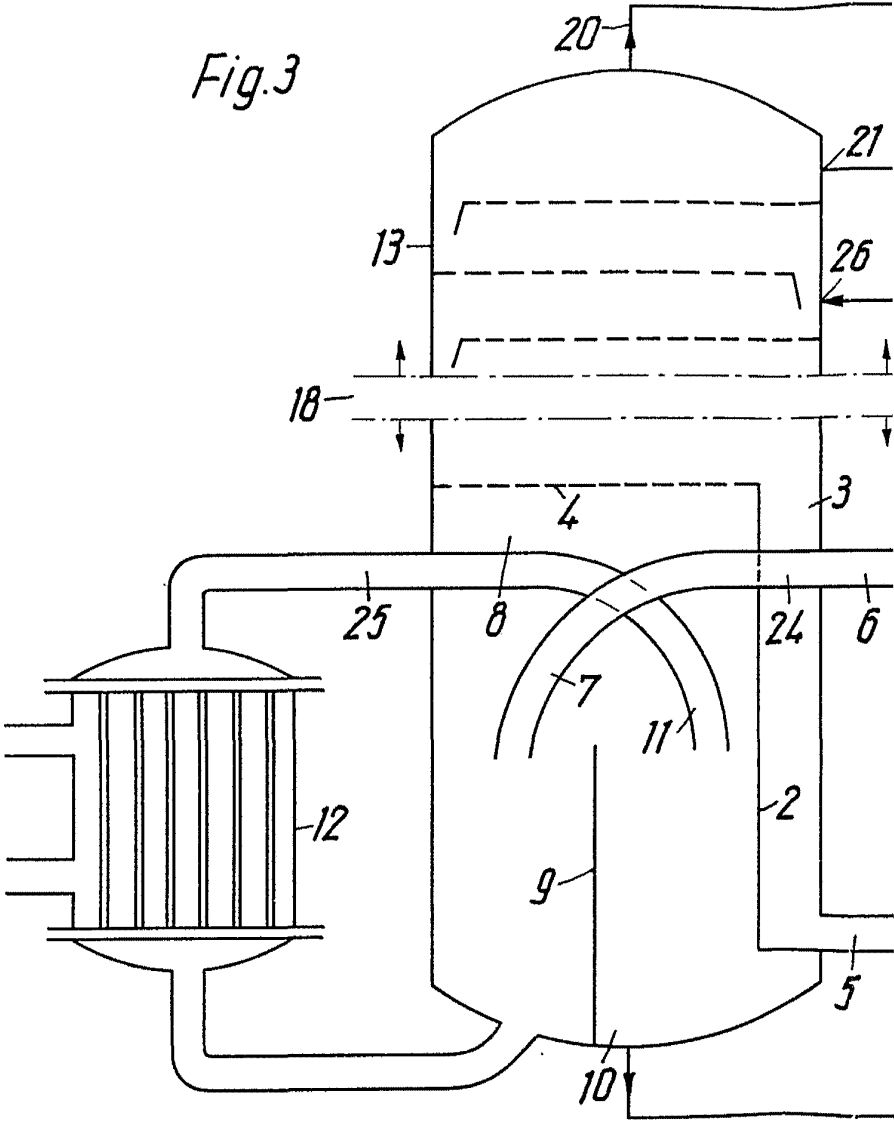
Fig. 3



INVENTOR: J. 21 febrero 1923
 E. F. F.

411893

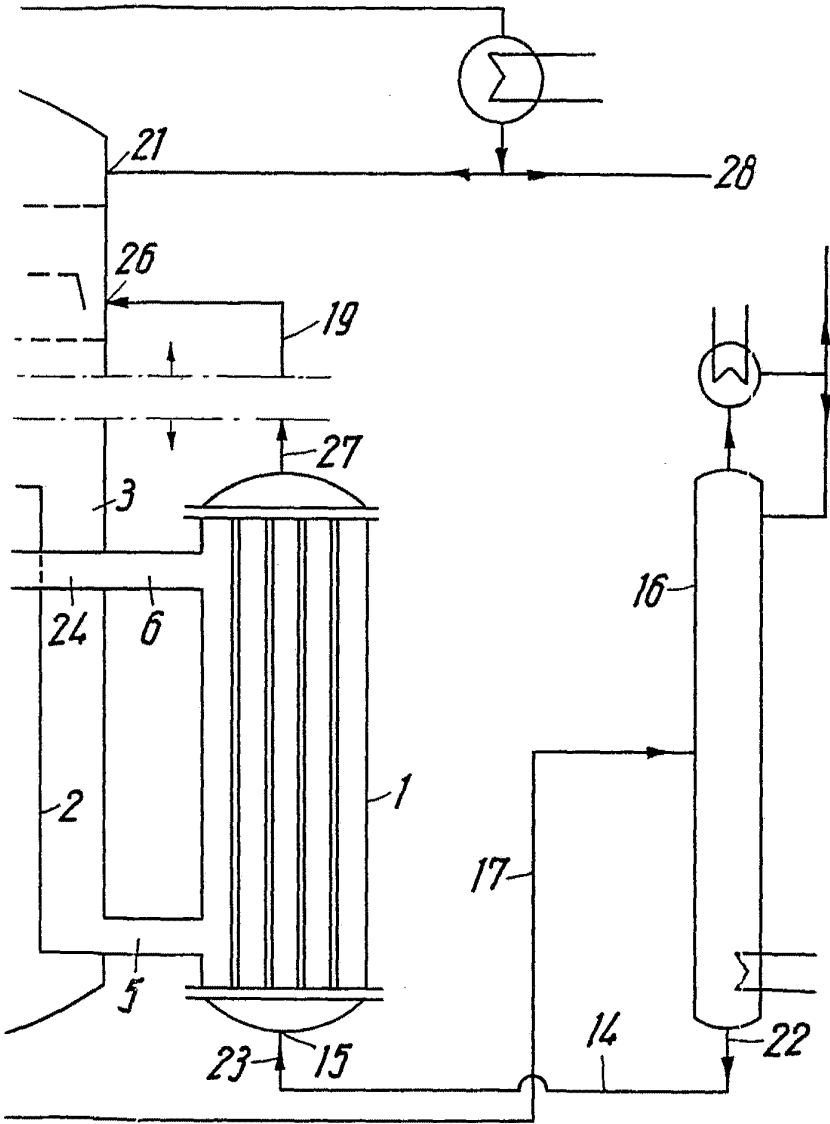
Fig.3



411893



21 FEB 1973



Rev. 21 febrero 1973

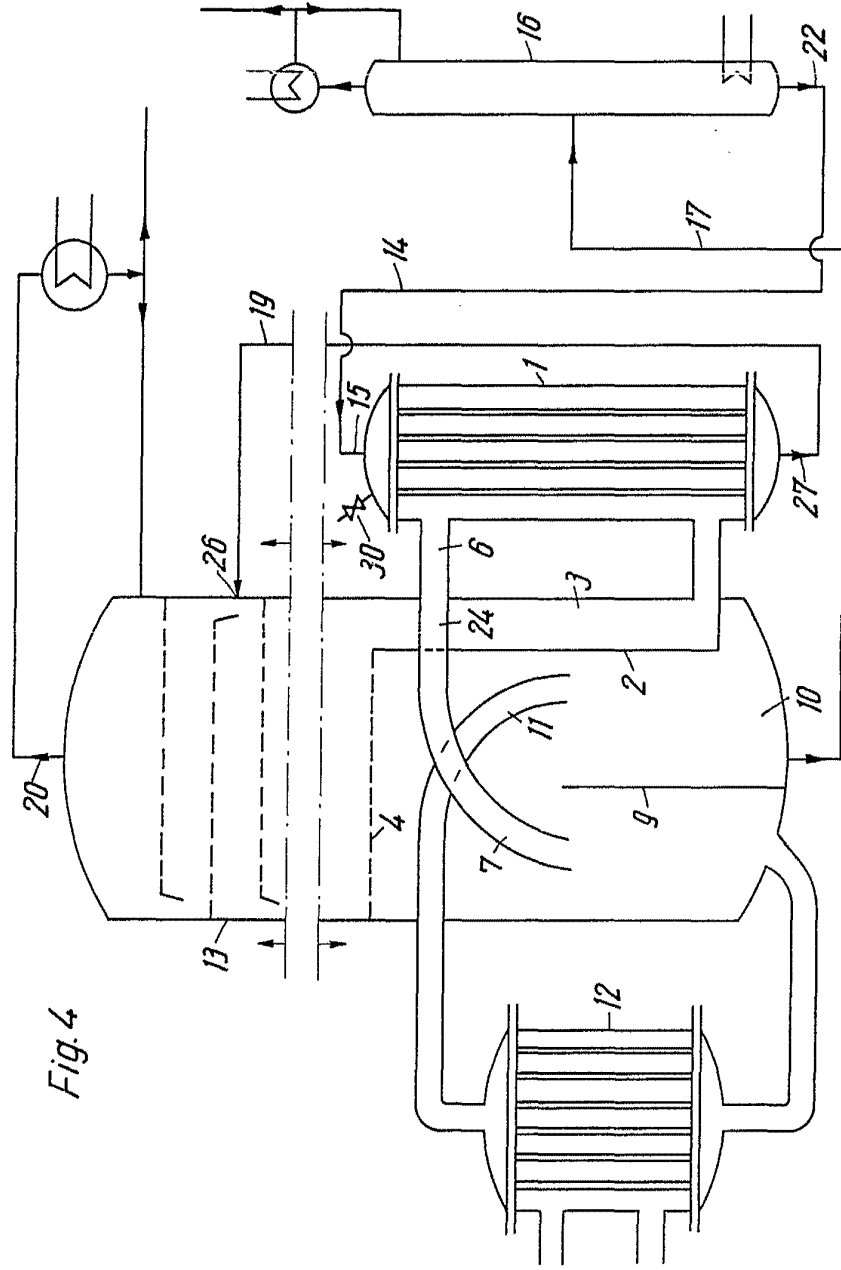
Elaborado por J. G. R. L. E.
P. P.

411893

411893



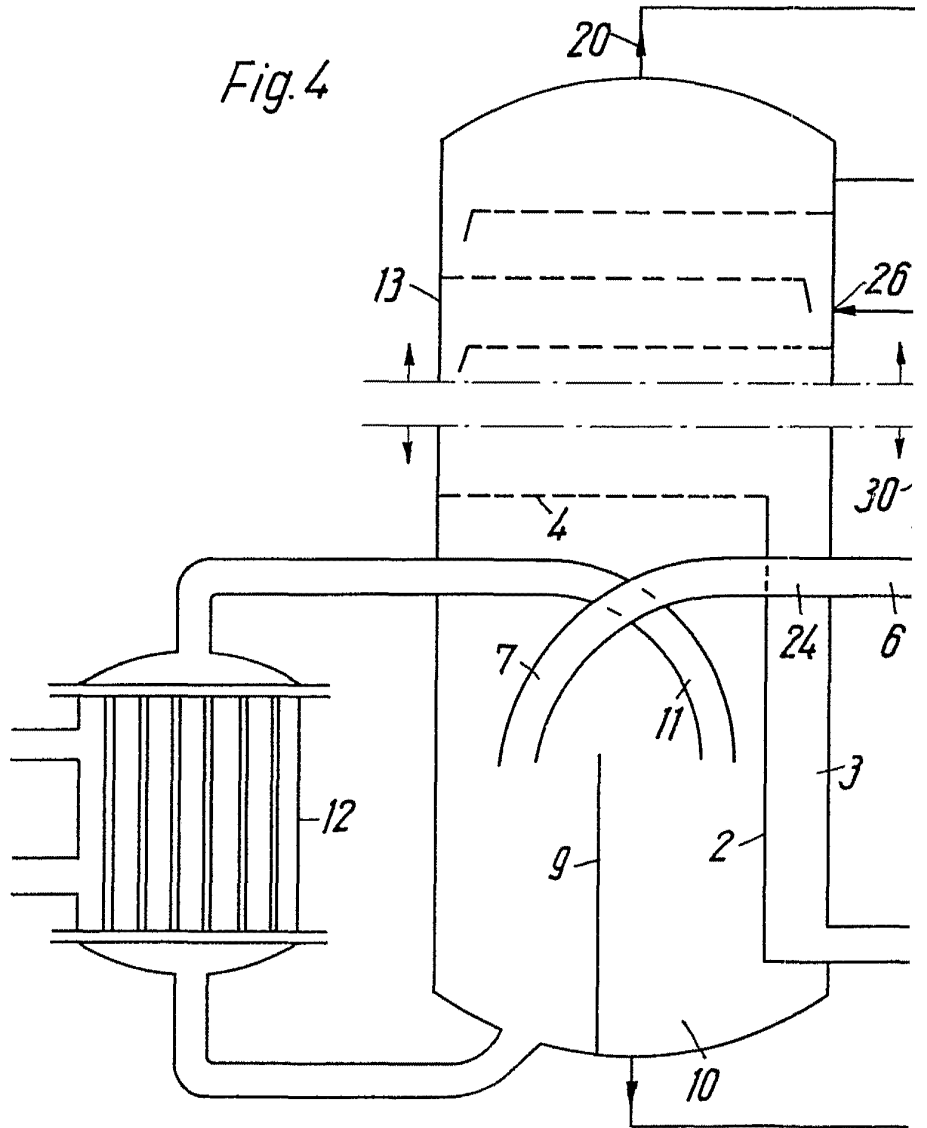
Fig. 4



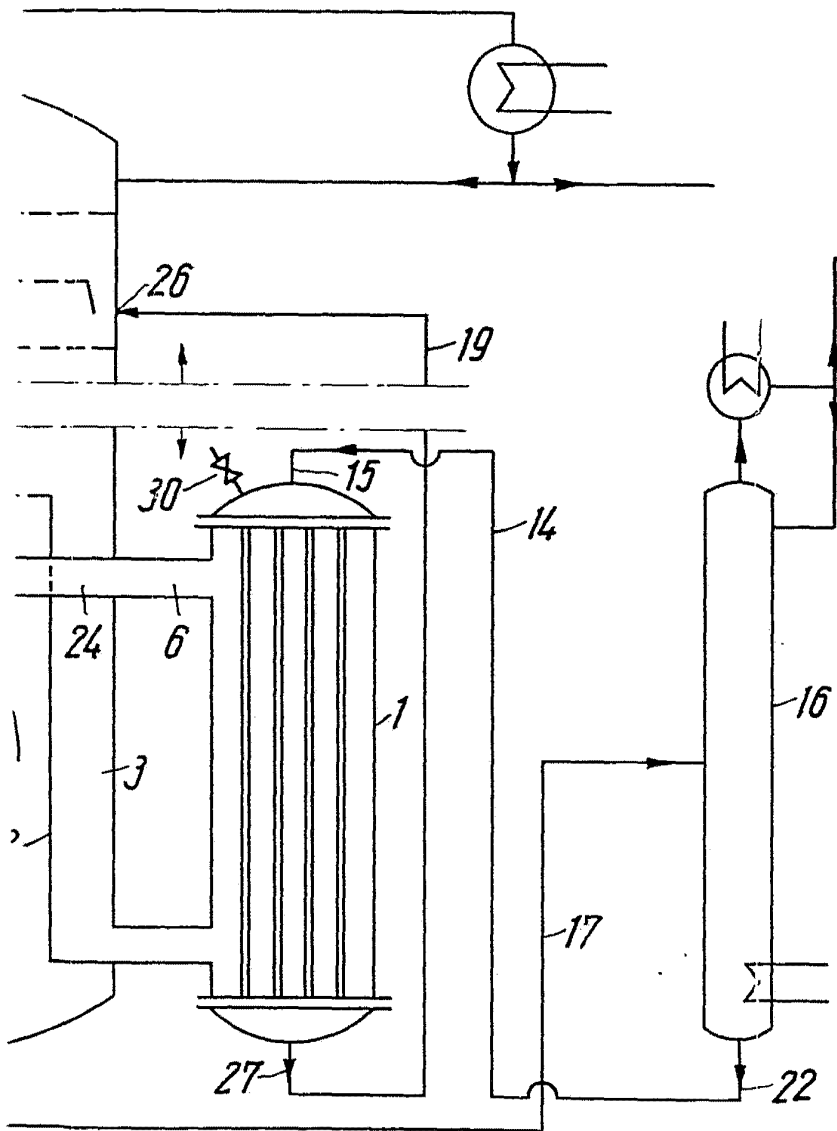
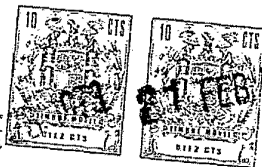
ESCO
 MARZO 21 febrero 01 73
 ESTADOS UNIDOS
 P.R.

411893

Fig. 4



41893



ESCUELA N.º 1
MARCH 21 1973 febrero DE 73
ESTADO UNIDO
E. E.