

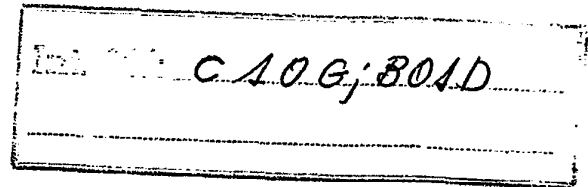
F.C 10-3-76

420920



P.- 56.004

Case 1550



MEMORIA DESCRIPTIVA

para solicitar PATENTE DE INVENCION en ESPAÑA por VEINTE años

a nombre de UNIVERSAL OIL PRODUCTS COMPANY

entidad norteamericana

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

por: "UN PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE UNA SUSTANCIA
DE BAJO PUNTO DE ROCIO DE UN FRACCIONADOR"

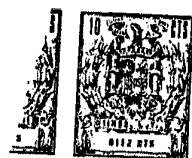
(Clase Internacional C10g, BOLD)



420920

El invento se refiere al secado parcial y a la separación simultánea de hidrocarburos por destilación fraccionada en una sola columna.

5 Ya es conocido separar agua de hidrocarburos por fraccionamiento. Este invento es específico para emplear con un material hidrocarbonado que tenga un punto de rocío superior al del agua, o una sustancia similar, por ejemplo, alcohol o éter, en las condiciones de fraccionamiento y el agua se separe por
10 la parte superior del fraccionador. Puesto que el agua y los hidrocarburos son inmiscibles, el método normal de separar agua es condensar la totalidad de la corriente de vapor de cabeza rica en agua para producir dos fases líquidas distintas en un recipiente receptor, desde el cual el agua se separa por
15 decantación. La fase hidrocarbonada se emplea luego como reflujo para la columna de destilación. Este reflujo se devuelve normalmente al plato de la parte superior de la columna, y el líquido de reflujo
20 se encuentra usualmente próximo a la temperatura de ebullición de la mezcla de cabeza. Desgraciadamente, mucha del agua disuelta en el hidrocarburo es devuelta a la columna con el reflujo, perjudicando seriamente la eficacia de la deshidratación de los hidro-
25 carburos.



420920

5 Este problema de la deshidratación ha sido un problema para los refinadores de petróleo, y se ha gastado mucho tiempo y dinero tratando de descubrir un método satisfactorio de separar agua de estos hidrocarburos. Recientemente se ha descubierto un modo en el que se puede recuperar y retirar una fase de agua separada de un fraccionador.

10 Es un objeto de este invento crear un procedimiento para la realización simultánea de la separación y el secado parcial de dos componentes en una columna de destilación que tiene menos platos teóricos que los requeridos por la técnica anterior para conseguir el mismo grado de secado.

15 Por consiguiente, el presente invento crea un procedimiento para la separación de una sustancia de bajo punto de rocío de un fraccionador que trata una corriente de alimentación constituida por materiales de alto punto de rocío en la cual la sustancia de bajo punto de rocío es inmisible a concentraciones elevadas, procedimiento que comprende las operaciones de :

(a) hacer pasar los materiales de alto punto de rocío y la sustancia de bajo punto de rocío a un fraccionador;

25 (b) retirar del fraccionador fracciones lí-



420920

quidas de materiales de elevado punto de rocío;

5 (c) retirar del fraccionador una primera fase de vapor que comprende los más ligeros de los materiales de alto punto de rocío y una sustancia de bajo punto de rocío;

10 (d) enfriar la primera fase de vapor en un primer condensador para formar una fase líquida de material de elevado punto de rocío y una segunda fase de vapor rica en una sustancia de bajo punto de rocío;

(e) separar en un primer separador la segunda fase de vapor del líquido de alto punto de rocío formado en la operación (d);

15 (f) devolver el líquido de alto punto de rocío separado en la operación (e) al fraccionador como reflujo;

20 (g) enfriar la segunda fase de vapor en un condensador para condensar esencialmente todo el material de elevado punto de rocío y una sustancia de bajo punto de rocío; y,

(h) recoger el condensado formado en la operación (g) en un segundo separador y formar en él una fase líquida de una sustancia de bajo punto de rocío, y una fase líquida de material de alto punto de rocío.

25 El invento puede ser visualizado más fácil-



420920

mente por examen del dibujo de una realización particular que comprende el secado y la separación simultánea de una mezcla húmeda de xileno y cumeno. La mezcla húmeda entra en el fraccionador 2 por la tubería 1. Del fondo del fraccionador 2 a través de la tubería 3 se separa una fracción de cumeno seco y la fracción de xileno seco se separa por la tubería 7. El cumeno producido se separa por la tubería 5. Una parte del cumeno de la tubería 3 se hace pasar por la tubería 4 a través de un rehervidor 6 en donde es vaporizado antes de volver a entrar en la columna por debajo del plato de fondo. A través de la tubería 8 se retira una corriente de vapor de cabeza constituida por agua y xileno y se enfría en un condensador 9 suficientemente para condensar la mayor parte del xileno como fase líquida para la recogida en el separador 10. El enfriamiento no es suficiente para formar una fase de agua separada. El xileno líquido, en equilibrio con agua con respecto al vapor no condensado, se retira por la tubería 11 y se mezcla con una pequeña cantidad de xileno relativamente húmedo de la tubería 19 y se hace pasar a través de la tubería 12 y la bomba 13 al fraccionador 2 como reflujo. Una corriente de vapor rica en agua abandona el separador 10 por la tubería 14 y se enfría en el condensador 15 para condensar prác-



420920

5 tíicamente la totalidad del agua y el xileno presente. La pequeña cantidad de xileno relativamente húmedo que resulta se separa en el separador 16 por la tubería 19 para empleo como reflujo adicional mientras que el agua se decanta por la tubería 18. Los gases ligeros no condensables son separados por la tubería 17.

Este dibujo y descripción no se intenta que sean limitativos,

10 El presente invento se refiere a aquellos procedimientos en donde, debido a una relación de vaporización en equilibrio elevada para el agua del sistema, el agua se recoge como corriente de cabeza de columna.

15 El agua frecuentemente se disuelve en una extensión limitada en los hidrocarburos. A concentraciones superiores al límite de solubilidad, se forman dos fases separadas. La inmiscibilidad de los hidrocarburos y el agua se emplea en la técnica anterior
20 como medio conveniente para separar agua en forma de una fracción líquida separada mientras que la fase líquida hidrocarbonada formada por la condensación del vapor rico en agua que abandona la parte superior de la columna se decanta y devuelve al fraccionador.

25 El reflujo se devuelve preferiblemente a la



420920

columna a una temperatura aproximada a su punto de ebullición para reducir al mínimo el tamaño del condensador y los costes de los servicios. Sin embargo, en ciertos casos se desea enfriar el líquido condensado hasta solubilidades más bajas y promover la formación de una fase de agua separada. También es posible promover la formación de dos fases líquidas por elevación de la presión en lugar de por disminución de la temperatura. En el ejemplo dado en el dibujo, la temperatura de operación preferida del depósito receptor de la fracción de cabeza es aproximadamente 127°C o unos 12°C por debajo del punto de ebullición del para-xileno. A esta temperatura, y a la presión de operación preferida de 1,34 atmósferas absolutas, la totalidad del agua se encuentra presente en forma de vapor. Para causar la formación de agua líquida la presión debe elevarse hasta aproximadamente 3,12 atmósferas, pero esto necesita una temperatura superior en el fraccionador.

Es ampliamente conocido que una mezcla de tres componentes puede separarse solamente hasta un grado limitado de pureza en una columna de destilación. Esto es debido a que dos de los componentes deben moverse hacia un extremo de la columna de modo que es imposible producir tres corrientes separadas



420920

completamente puras en una sola columna.

5 El presente invento reside en la separación de agua desde un primer recipiente de recepción como vapor caliente en lugar de como líquido frío dando como resultado la formación de una corriente de reflujo caliente que se encuentra relativamente seca. El método de la técnica anterior de enfriar los vapores de cabeza para formar dos fases líquidas y permitir una separación está en contraste directo con el método del
10 presente invento.

15 El reflujo de hidrocarburos calientes del presente invento se encuentra en equilibrio con el agua con respecto al vapor; pero incluso así, este material de reflujo está todavía suficientemente seco para permitir que sea retirada de cerca de la parte superior del fraccionador una corriente lateral relativamente seca. Puesto que la solubilidad del agua en los hidrocarburos aumenta con la temperatura, pudiera parecer que el reflujo caliente del presente invento
20 contuviera más agua que el reflujo frío de la técnica anterior. Sin embargo, el presente invento impide la formación de una fase de agua en el recipiente de recepción primario, de modo que el reflujo de este recipiente contiene menos agua. Esto es así porque el
25 reflujo del presente invento se encuentra en equili-



420920

brio con agua gaseosa en lugar de con agua líquida.

5 Una característica esencial del presente invento es la condensación de solamente un hidrocarburo u otro compuesto que se purifique en el primer condensador. Si se condensa el agua en la corriente de vapor de cabeza, entonces resulta el método de la técnica anterior.

10 Los puntos de rocío para cualquier material son dependientes de la presión total del sistema. Cuando se encuentra presente una mezcla de dos compuestos, el punto de rocío de la mezcla estará entre los límites establecidos por los compuestos puros, y dependerá de la composición de la mezcla.

15 A cualquier temperatura y presión, las cantidades y composiciones de las fracciones líquidas y vapor están determinadas por las presiones de vapor, los coeficientes de actividad, y las cantidades de los dos compuestos. Estos hechos deben considerarse en el diseño del primer condensador utilizado en el procedimiento. El vapor de cabeza debe ser enfriado hasta una temperatura ligeramente menor que la del punto de rocío del hidrocarburo puro de modo que condense la mayor parte del hidrocarburo sin condensar agua.

20

25 El reflujo del presente invento está por consiguiente



420920

ligeramente más caliente que el normalmente utilizado en la técnica anterior.

5 El punto de rocío de la sustancia es por definición la temperatura a la cual empiezan a condensar las primeras gotas del líquido a partir de vapor a una presión especificada. El punto de ebullición es la temperatura a la cual empiezan a formarse burbujas de vapor en la fase líquida. El punto de rocío de una mezcla es siempre una temperatura

10 más elevada que el punto de rocío. Un método fácil de determinar si un hidrocarburo puede ser secado más fácilmente por el método de este procedimiento es comparar el punto de ebullición del hidrocarburo con el del agua a la presión propuesta. Para una operación satisfactoria, el punto de ebullición del hidrocarburo debe ser mayor que el del agua u otra sustancia que haya de separarse, y esto restringe las garantías porque en la mezcla de los dos componentes los puntos de rocío estarán en una relación apropiada.

20

Immiscibilidad se entiende que significa que parte de la concentración de agua obtenible en el segundo recipiente receptor en las condiciones de operación de este recipiente formará una fase de agua separada.

25



420920

5 Una limitación adicional en la operación del presente invento es que si los compuestos que han de separarse forman un azeótropo de punto de ebullición mínimo, entonces la concentración del compuesto de punto de ebullición inferior debe ser menor que la que se encuentra presente en el azeótropo. Si la concentración es mayor, el líquido formado por enfriamiento será rico en el compuesto de punto de ebullición bajo.

10 Como ejemplo del método del invento, será descrito en detalle el secado y fraccionamiento de una corriente de 2773 moles por hora de meta-xileno y cumeno que contenía 360 partes por millón en moles de agua. El fraccionador trabaja a una presión de
15 aproximadamente 1,34 atmósferas. El material de carga entra cerca del centro del fraccionador a aproximadamente 177°C. El vapor de cabeza, compuesto por xileno y agua, se enfría suficientemente para producir xileno líquido que se recoge en un recipiente receptor mantenido a aproximadamente 127°C, la
20 temperatura del reflujo, y a 1 atm. A esta temperatura, la solubilidad del agua en xileno es aproximadamente 3,6 % en moles y el reflujo contendría este agua si estuviera en contacto con la fase de agua
25 condensada. Esta solubilidad aumenta a 5,8 moles por ciento a aproximadamente 152°C, la temperatura



420920

del vapor de la fracción de cabeza.

Mediante el procedimiento del presente in-
vento, parte del agua se deja en forma de vapor y se
separa del primer recipiente receptor en una pequeña
5 corriente gaseosa de purga de aproximadamente 4 mo-
les por hora. Esta corriente gaseosa tiene aproxima-
damente 25% en moles de agua, y el líquido de refluo-
jo en equilibrio con ella, en el primer recipiente
de recogida, contiene solamente 0,575% en moles de
10 agua. El xileno separado con la corriente de vapor
de purga se recupera por condensación adicional en un
segundo recipiente receptor que funciona similarmente
a la técnica anterior. Se forma una corriente de xi-
leno líquido de 3 moles por hora relativamente húme-
15 da y se devuelve como parte del reflujo y el agua y
cualesquiera gases no condensables se desechan.

La concentración de agua en la fracción de
corte lateral será aproximadamente 10 ppm (molal) o
menos del 3% de la concentración en el material calenta-
20 do, si se dejan dos platos teóricos entre el reflujo
y la fracción de corte lateral. La fracción de cumeno
más pesada de la mezcla cargada no contiene esencial-
mente agua y se separa desde el fondo de la columna.
Una suma de los caudales de hidrocarburos y agua de
25 este ejemplo se da en la Tabla I.



420920

TABLA I

CAUDALES DE HIDROCARBUROS Y CONTENIDOS DE AGUA

	<u>Corriente, Tubería nº</u>	<u>Moles de hidrocarburo por Hora</u>	<u>Moles de agua por Hora</u>	<u>Agua PPM (MOLAL)</u>
5				
10	Mezcla alimentada, 1	2773	1,0	360
	Producto de fondos (Cumeno), 5	1850	nada	nada
	Productos de fracción de Corte lateral (Xileno), 7	923	0,0082	10
15	Vapor de Cabeza, 8	1945	12,1	6220
	Reflujo (Total), 12	1945	11,1	5750
	Gas de Purga del primer recipiente receptor, 14	3	1,0	250000

20

La esencia del descubrimiento es que el secado adecuado para muchos fines puede realizarse empleando un número más pequeño de platos que en la técnica anterior si se separa agua del primer recipiente receptor en forma de vapor, en lugar de condensar la totalidad

25



420920

del agua para formar una fase líquida en este recipiente y separarla por decantación. En la técnica anterior, el reflujo se encuentra en equilibrio con el agua líquida a una temperatura de 121°C y contiene
5 3,6 % en moles de agua. Este es aproximadamente seis veces tan húmedo como el reflujo del presente invento. La cantidad reducida de agua en el reflujo da como resultado una menor concentración de agua en el plato superior y en cada plato por debajo de él.

10 El caso limitante para la sequedad de una fracción de corte lateral está determinado por la concentración de agua de los vapores ascendentes que pasan a través del líquido en el plato de la fracción
15 de corte lateral. Puesto que estos vapores pasan sobre la etapa más elevada siguiente, el líquido en dicha etapa también contendrá agua y la llevará hasta el plato de la fracción del corte lateral. Si se encuentran suficientes platos entre la fracción de corte lateral y la parte superior del fraccionador, el líquido
20 descendente contendrá la misma cantidad de agua que el líquido del plato de la fracción de corte lateral, y la concentración de agua del plato de la fracción de corte lateral se establece solamente para los vapores ascendentes. La inferior concentración de
25 agua en el plato superior producida mediante el pre-



420920

sente invento reduce el número de platos requeridos en una columna para aproximarse a este caso limitante.

5 El procedimiento de este invento puede aplicarse también ventajosamente a un procedimiento de secado simple en el cual no se realice el fraccionamiento de hidrocarburos. En este caso el producto se separa por debajo del punto de alimentación y puede aproximarse a cualquier grado de sequedad deseado mediante el empleo de un número suficiente de platos. El empleo del presente invento
10 también aumenta el porcentaje de agua cargada que puede separarse mediante un fraccionador con cualquier número de platos.

15 Una característica significativa del presente invento es que su incorporación a los fraccionadores que trabajan actualmente, requiere solamente muy pequeñas modificaciones en los aparatos y sistemas de control existentes.

20 El invento puede modificarse según se necesite para realizar separaciones similares de tres componentes, y no está limitado al secado de mezclas de meta-xileno y cumeno. Por ejemplo, puede secarse un disolvente comercial en el mismo recipiente en el
25 cual se está separando de él un extracto aromático.



420920

Otros ejemplos son el secado y separación del para-
y meta-xilenos, o de n-octano y n-nonano. El compues-
to separado como impureza no está limitado a ser
agua, y puede ser cualquier compuesto, tal como un
5 alcohol o un éter que se separa durante el fraccio-
namiento de las parafinas normales.

Esta solicitud, que corresponde a la pre-
sentada en Estados Unidos de América el 30 de No-
viembre de 1972, bajo el número 310.730, se acoge a
10 los beneficios del Artículo 51 del vigente Estatuto
sobre Propiedad Industrial.

15


REIVINDICACIONES

20 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 que se recogen en las reivindicaciones si-
guientes:

25 1ª.- Un procedimiento para la separación de

11.12.73

- 16 -





420920

una sustancia de bajo punto de rocío de un fraccionador que trata una corriente de alimentación constituida por materiales de alto punto de rocío, en los cuales la sustancia de bajo punto de rocío es

5 inmiscible a concentraciones elevadas, procedimiento que comprende las operaciones de : (a) hacer pasar los materiales de alto punto de rocío y la sustancia de bajo punto de rocío a un fraccionador;

(b) retirar del fraccionador fracciones líquidas de

10 materiales de elevado punto de rocío; (c) retirar del fraccionador una primera fase de vapor que comprende los más ligeros de los materiales de alto punto de rocío y una sustancia de bajo punto de rocío; (d) enfriar la primera fase de vapor en un primer condensador para formar una fase líquida de material de elevado punto de rocío y una segunda fase

15 de vapor rica en una sustancia de bajo punto de rocío; (e) separar en un primer separador la segunda fase de vapor del líquido de alto punto de rocío formado en la operación (d); (f) devolver el líquido

20 de alto punto de rocío separado en la operación (e) al fraccionador como reflujo; (g) enfriar la segunda fase de vapor en un condensador para condensar esencialmente todo el material de elevado punto de rocío

25 y una sustancia de bajo punto de rocío; y (h) reco-



420920

ger el condensado formado en la operación (g) en un segundo separador y formar en él una fase líquida de una sustancia de bajo punto de rocío, y una fase líquida de material de alto punto de rocío.

5 2ª.- Procedimiento según la reivindicación 1ª, en donde la sustancia de bajo punto de rocío es agua.

10 3ª.- Procedimiento según las reivindicaciones 1ª o 2ª, en donde los materiales de alto punto de rocío son compuestos orgánicos que tienen puntos de ebullición superiores a 100°C a presión atmosférica.

15 4ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, en donde solamente es separada del fraccionador una fracción de material de elevado punto de rocío.

20 5ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 3ª, en donde al menos dos fracciones de materiales de alto punto de rocío son separadas del fraccionador, y al menos una fracción se separa entre el punto de alimentación del fraccionador y la parte superior del fraccionador.

25 6ª.- Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones 1ª a 5ª, en donde la fase líquida de material de elevado punto de rocío de la operación (h) es devuelta al fraccionador como reflujo.

11.12.73

420920



7ª.- Un procedimiento para la separación de una sustancia de bajo punto de rocío de un fraccionador.

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 diecinueve hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

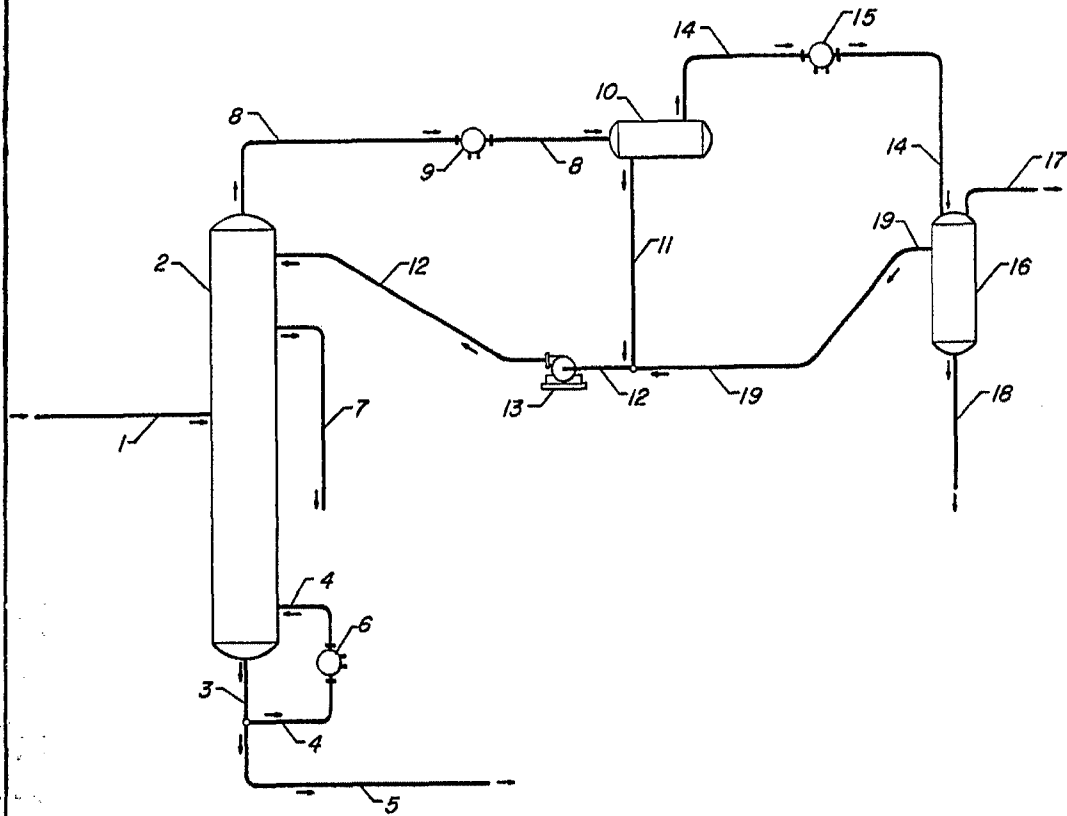
10 ENE. 1976

P.A.

Alberto de Elizaburu
Por Poder.



420920



AIDOR
For [illegible]
[Signature]