



PATENTE DE INVENCION

421209

Int. Cl.^a C10G

F.C.-6-10-75

MEMORIA DESCRIPTIVA

sobre:

"PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE HIDROCARBUROS AROMA-
TICOS DE ELEVADA PUREZA DE MEZCLAS QUE LOS CONTENGAN"

Solicitante: SNAM PROGETTI S.p.A.,
entidad italiana, establecida en
MILAN (Italia), Corso Venezia, 16.

Prioridad: Solicitud de Patente No 32209 A/72,
depositada en Italia en
29 de Noviembre de 1972.

421209



La presente invención se refiere a un procedimiento para la separación de hidrocarburos aromáticos de elevada pureza de mezclas que los contengan.

Más particularmente se refiere la presente invención a la separación de hidrocarburos aromáticos de mezclas que los contengan, cuando dichos hidrocarburos aromáticos están presentes en las mezclas a elevada concentración.

Se conocen múltiples sistemas para la separación de hidrocarburos aromáticos de mezclas que los contengan.

Tales sistemas suelen comprender generalmente (véase Patente italiana Nº 869.496) una o varias etapas de extracción líquido-líquido, una destilación extractiva del extracto procedente de la extracción líquido-líquido y una rectificación final para eliminar el disolvente.

La presencia de la destilación extractiva simultáneamente con la extracción líquido-líquido es necesaria para obtener una separación de componentes aromáticos con un contenido despreciable de componentes no aromáticos.

Se ha podido comprobar, y ello constituye el objeto de la presente invención, que en el caso de una mezcla de alimentación que contenga hidrocarburos aromáticos a una concentración superior o al menos igual a un 80%, la etapa de extracción líquido-líquido no es necesaria, de modo que una destilación extractiva y la rectificación de los componentes aromáticos del disolvente son suficientes para obtener un producto con características de elevada pureza.

El procedimiento según la presente invención comprende las siguientes etapas:

421209



La mezcla de alimentación que contenga componentes aromáticos a una concentración superior o al menos igual a un 80% se introduce a media altura de una columna de destilación extractiva que trabaja a una temperatura de 5 50 a 200°C en presencia de un disolvente acuoso; los hidrocarburos no aromáticos se descargan de la cabeza de la columna, mientras que los componentes aromáticos libres de hidrocarburos no aromáticos y el disolvente se obtienen del fondo de la columna.

10 El producto de fondo de la destilación extractiva se alimenta entonces a una columna de rectificación para la separación del disolvente, obteniéndose de la cabeza componentes aromáticos de elevada pureza.

15 El disolvente (acuoso) se alimenta algunos platos por debajo de la cabeza de la columna de destilación extractiva y al menos una parte del reflujo es en forma de reflujo externo debido a que en dicho caso el producto de cabeza no contiene disolvente y no requiere tratamiento adicional alguno.

20 El reflujo externo, en el caso de ser acuoso el disolvente, puede estar constituido por agua. En la columna de rectificación el reflujo está constituido por agua obtenida por separación en dos fases de la corriente que contiene los componentes aromáticos; además, una parte de 25 dicha agua se envía al fondo de la columna, después de la vaporización de la misma a expensas del disolvente caliente que abandona la columna.

El disolvente que puede utilizarse de acuerdo con la

421209



presente invención puede estar constituido por cualquier disolvente de tipo conocido en la técnica (también se pueden utilizar mezclas de varios disolventes); particularmente, entre tales disolventes pueden citarse morfolina, 5 derivados aldehidos, cetónicos y alquílicos de morfolina, tales como N-formil morfolina, 2-formil morfolina, 3-formil morfolina, morfolina acetona y otros.

Tal como se ha mencionado más arriba, el disolvente debe ser acuoso, y de hecho se ha comprobado que trabajando 10 con tal disolvente que contenga agua a una concentración de 0,5 a 25% en peso, es posible obtener las siguientes ventajas:

- 1) Los componentes aromáticos se recuperan íntegramente con independencia del peso molecular de los mismos.
- 15 2) La temperatura del fondo de la columna de destilación extractiva está a tales niveles que se puede utilizar fácilmente vapor de presión media o baja como medio de calentamiento, hallándose la cabeza de la columna a presión atmosférica.
- 20 3) El consumo de calor, a igualdad de recuperación de componentes aromáticos, es menor que cuando el disolvente es anhídrico; al ser pequeña la cantidad de calor que deba recuperarse, es posible recuperarla con aparatos de pequeño tamaño.

25 El procedimiento objeto de la presente invención se comprenderá más fácilmente en relación con las Figs. 1 y 2 del dibujo adjunto, debiéndose considerar los esquemas ilustrados en el mismo en cualquier caso como no limitativos de

421209



la presente invención.

La corriente de alimentación 1 se introduce en la columna 2; los hidrocarburos no aromáticos y el agua abandonan la columna 2 por el conducto 3, se condensan en 4 y se separan en dos fases en 5; la fase de hidrocarburos se descarga por el conducto 6.

Una parte de los hidrocarburos no aromáticos se devuelve a la columna por el conducto 7, mientras que el agua es completamente reciclada a través del conducto 8.

Los componentes aromáticos y el disolvente abandonan la columna 2 por el conducto 9 y después de la recuperación del calor en 10, se alimentan a la columna 11 para la separación del disolvente.

En dicha columna se obtienen los componentes aromáticos y el agua como productos de cabeza; así, después de la condensación en 12 y de la separación en dos fases en 13, se descargan por el conducto 14; el agua separada en el fondo del aparato de separación 13 se recicla en parte en estado líquido a la columna a través de 15 y en parte en fase vapor a la misma columna a través del conducto 16.

El disolvente se descarga de la columna 11 a través del conducto 17 y después de la vaporización del agua en 18 y del intercambio de calor en 10, se alimenta a la columna 2. Si se desea simplificar adicionalmente los aparatos es posible realizar todas las operaciones con una sola columna de destilación extractiva 1 (véase Fig. 2), en la que el disolvente 2 es alimentado algunos platos por debajo de la cabeza, la corriente de alimentación 3 se introduce

421209



a $2/3$ de la altura desde el fondo, y de un punto situado a aproximadamente $1/3$ de la altura desde el fondo se extraen componentes aromáticos de elevada pureza (aparte del agua) en fase vapor por el conducto 4; en este caso
5 contendrán los componentes aromáticos disolvente que resultará extraído mediante el lavado de la fase vapor en contracorriente con agua en una columna 9 provista de pocos platos y de un pequeño gradiente de presión; el agua necesaria para el lavado 10 es el agua procedente de la condensación de la corriente aromática; el agua procedente del fondo de la columna de lavado 11 es enviada a la base de la columna 1 después de la vaporización en 12 por intercambio de calor con el disolvente pobre, el cual, a su vez, es reciclado por el conducto 2 a la parte alta de la
15 lumna.

Toda la fase acuosa 5 y una parte de la fase orgánica 6 son enviadas de retorno a la cabeza de la columna a fin de eliminar los restos de disolvente del producto de cabeza.

Los componentes aromáticos se obtienen por el conducto 20 to 8 y los hidrocarburos no aromáticos por el conducto 7.

A continuación se indican algunos ejemplos destinados a ilustrar más claramente la presente invención sin limitarla, sin embargo, de modo alguno.

EJEMPLO 1

25 Se trabajó con una corriente de alimentación artificial constituida por:

benzeno 95% en peso

n-heptano 5% en peso

421209



A una columna provista de platos de monocampana del tipo Stage (45 platos) se alimentó:

- en el 20º plato desde el fondo 1 kg/h de alimentación

5 - en el 40º plato N-formil morfolina como disolvente con 6% de agua a una velocidad de 2,50 kg/h, manteniendo la temperatura del disolvente igual a la del plato de alimentación (98°C) a fin de evitar un reflujo interno.

El destilado estaba constituido por n-heptano con 2%
10 de benceno y aproximadamente 10% de agua: al 45º plato se envió como reflujo 0,050 kg/h de hidrocarburo y toda la cantidad de 0,010 kg/h de agua obtenida en el destilado.

En el destilado no podía detectarse analíticamente el disolvente; la temperatura del fondo de la columna era
15 de 115°C.

Como producto de fondo se obtuvo una mezcla de disolvente y benceno que se alimentó a una segunda columna provista de 30 platos de monocampana del tipo Stage en el 20º plato desde el fondo; de la cabeza se obtuvieron 0,949 kg/h
20 de benceno y 0,1 kg de agua que se hizo refluir íntegramente.

La temperatura del fondo era de 145°C.

El benceno obtenido de esta manera contenía menos de 200 ppm de n-heptano y la cantidad de disolvente estaba por
25 debajo del valor analíticamente detectable.

Debido a la gran diferencia de temperatura entre los dos fondos de las columnas es conveniente intercambiar el calor entre la alimentación y el fondo de la segunda columna,

421209



reduciendo de este modo el consumo de calor de esta última. El disolvente pobre se enfrió de 145°C a 120°C mediante el intercambio de calor y desde 120°C a 98°C mediante agua.

EJEMPLO 2

5 Se trabajó con una corriente de alimentación artificial constituida por:

- B 70%; B = benzeno
- T 20%; T = tolueno
- X 5%; X = xileno

10 Y 5%; Y = hidrocarburos no aromáticos

Para la primera columna se utilizaron las mismas cantidades que en el ejemplo precedente con un disolvente que contenía un 4% de agua.

De la cabeza de la segunda columna se obtuvieron
15 0,699 kg/h de B, 0,199 kg de T y 0,045 g de X conjuntamente con 0,200 kg de agua; 0,100 kg de agua se devolvieron como reflujo y 0,100 kg se sometieron a un intercambio de calor con el disolvente procedente del fondo de la columna a fin de producir una corriente de lavado, reduciendo la
20 temperatura del disolvente a 115°C; el disolvente se alimentó a la cabeza de la primera columna.

N O T A

Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de ponerlo en práctica, se hace constar
25 que todo cuanto no altere, cambie o modifique su principio fundamental, puede quedar sometido a variaciones de detalle. También se hace constar que esta invención corresponde a la descrita en la solicitud de Patente Nº 32209 A/72, depo-

421209



sitada en Italia en 29 de Noviembre de 1972, cuya prioridad se reivindica de acuerdo con los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo esencial y por lo que se solicita Patente de Invención, por veinte años, lo que
5 queda resumido en las siguientes reivindicaciones:

1^a.- Procedimiento para la separación de hidrocarburos aromáticos de elevada pureza de mezclas que los contengan, caracterizado porque comprende las siguientes etapas:

a) someter la mezcla que contiene componentes aromáticos a una concentración superior o igual a un 80% a una
10 destilación extractiva a una temperatura de 50 a 200°C en presencia de un disolvente acuoso, a fin de separar como productos de cabeza hidrocarburos no aromáticos y agua y como productos de fondo los componentes aromáticos purificados y el disolvente, utilizándose como reflujo a la
15 cabeza de la destilación extractiva la totalidad del agua y una parte de los hidrocarburos no aromáticos;

b) someter la mezcla que contiene componentes aromáticos a una rectificación a fin de separar como productos
20 de cabeza componentes aromáticos y agua y como producto de fondo el disolvente que se recicla a la destilación extractiva del punto a), enviándose el agua separada como producto de cabeza en parte como reflujo a la cabeza de la misma columna e introduciéndosela en parte, después de la
25 vaporización a expensas del disolvente caliente, en el fondo de la misma columna.

2^a.- Procedimiento según la reivindicación 1^a, caracterizado porque el disolvente se selecciona entre morfolina

A handwritten signature in black ink, consisting of a stylized, cursive script.

421209



y los derivados aldehídicos, cetónicos y alquílicos de la morfolina, tales como N-formil morfolina, 2-formil morfolina, 3-formil morfolina, morfolina acetona, utilizándose estos componentes individualmente o en mezcla.

5 3^a.- Procedimiento según las reivindicaciones precedentes, caracterizado porque el porcentaje de agua en el disolvente acuoso es del orden de 0,5 al 25% en peso.

4^a.- PROCEDIMIENTO PARA LA SEPARACION DE HIDROCARBUROS AROMATICOS DE ELEVADA PUREZA DE MEZCLAS QUE LOS
10 CONTENGAN,

tal y como queda descrito y reivindicado en la presente memoria que consta de diez hojas mecanografiadas por una sola cara y de una lámina de dibujos.

BARCELONA, 28 de Noviembre de 1973.

SNAM PROGETTI S.p.A.
P.P.

J. GOMEZ-ACEBO Y MODET

(Firma)
p. o. firmado: W. Stöhrli Signer

(Firma)

421209

421209

421209



ESQUEMAS

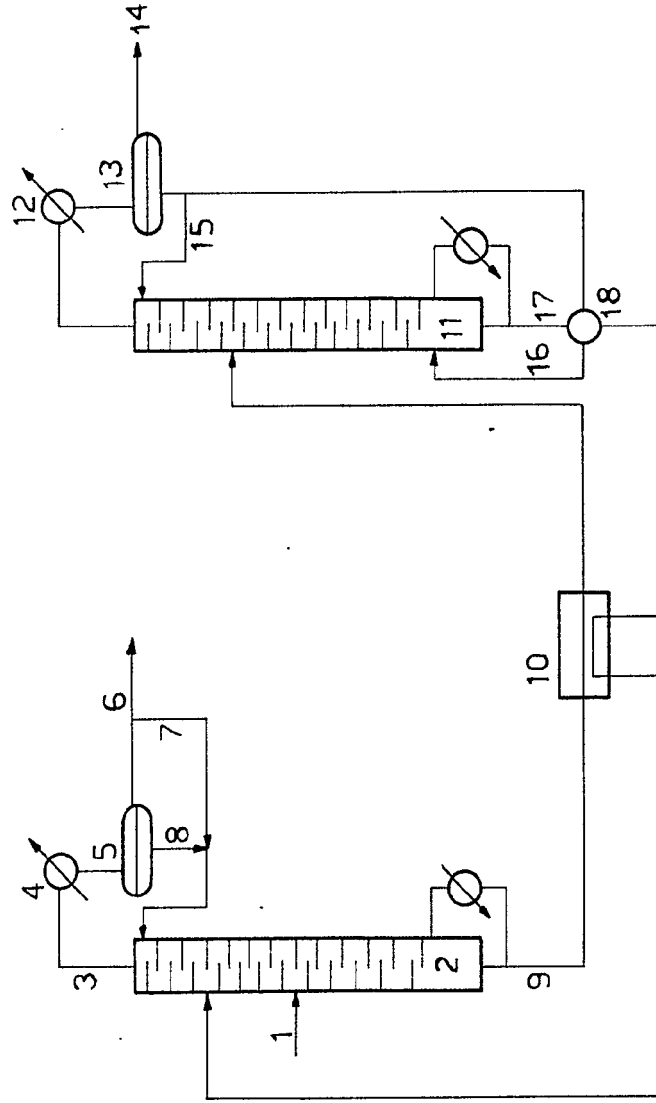


FIG. 1

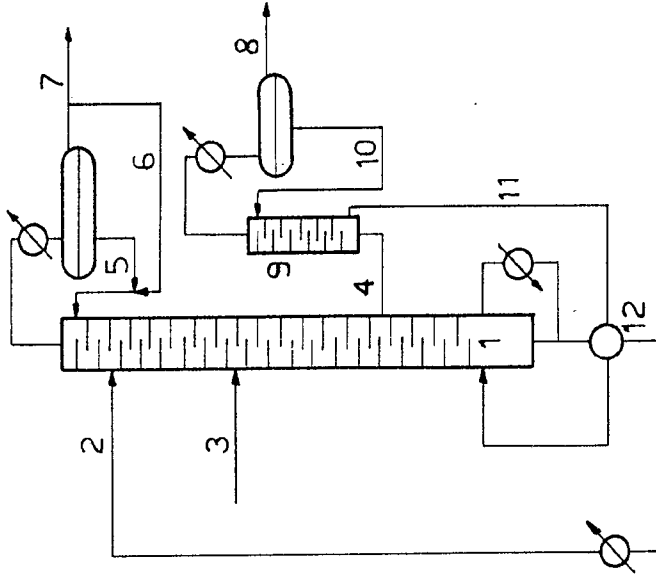


FIG. 2

Barcelona, 28 de Noviembre de 1973
SNAM PROGETTI S.p.A.

R.P. GOMEZ-ACEBO Y MOUET

Ingenieros W. Siebel, Sener

421209

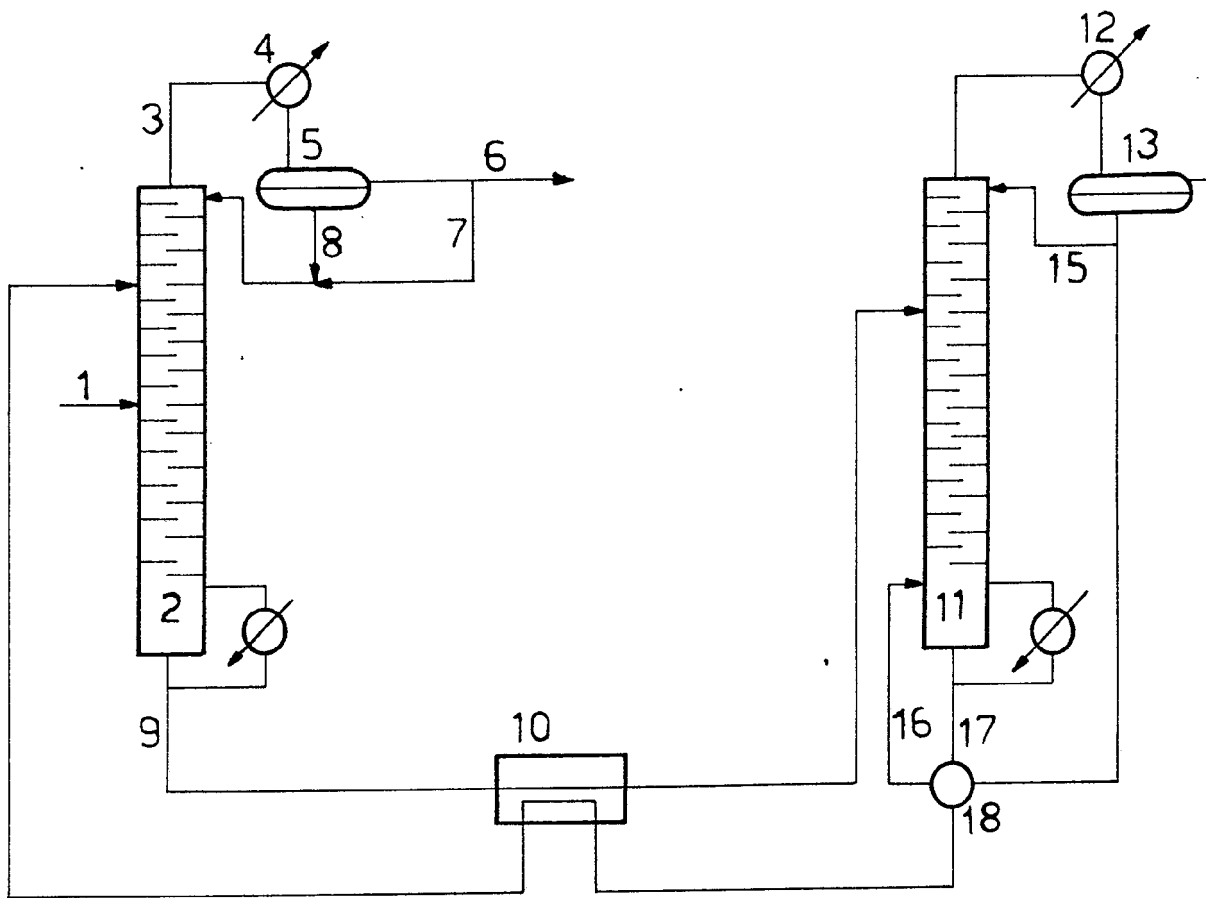


FIG. 1

421209

421209



ESQUEMAS

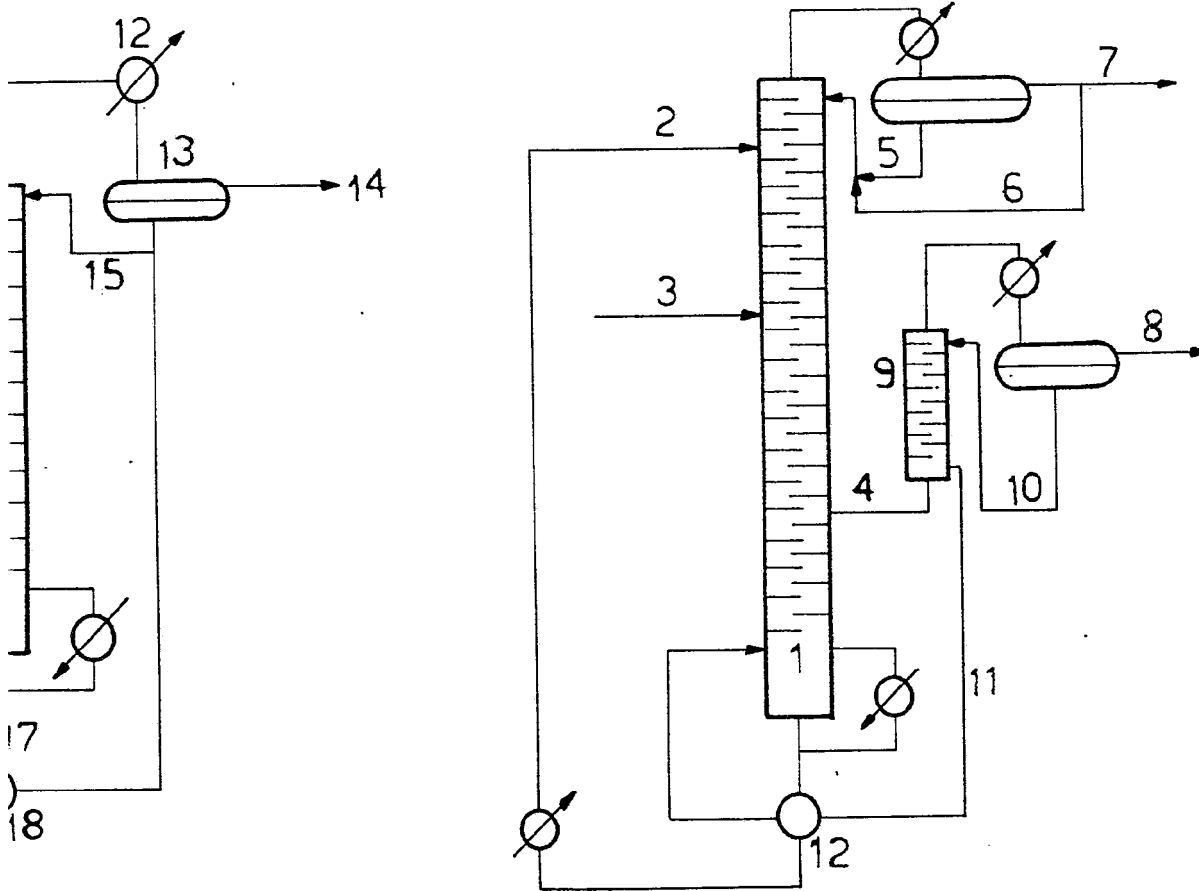


FIG. 2

Barcelona, 28 de Noviembre de 1973
SNAM PROGETTI S.p.A.

R.P. J. GOMEZ-ACEBO Y MODEI
a. p. Firmado W. Stöhell Sloner