



10 ES	11 21	NUMERO 451790	10 A 1
22		FECHA DE PRESENTACION 23.9.76	

P.- 63.973

PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO 616.470	24.9.75	EE. UU.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07C 7/12	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	---	--------------------------------------

64 TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO MEJORADO PARA LA SEPARACION DE PARAFINAS NORMALES A PARTIR DE UNA CORRIENTE DE ALIMENTACION"

71 SOLICITANTE (S)
UOP INC.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Ten UOP Plaza, Algonquin & Mt. Prospect Roads, Des Plaines, Illinois, Estados Unidos de América

72 INVENTOR (ES)
Donald Beddoes Broughton

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
D. FERNANDO DE ELZABURU MARQUEZ

5

10

15.

ANTECEDENTES DE LA INVENCION

Campo de la Invención

20

25

El campo de la técnica al que pertenece esta invención es la separación de hidrocarburos. Específicamente, esta invención se refiere a un proceso que utiliza un aluminosilicato cristalino para separar parafinas normales de isoparafinas. Más específicamente, esta invención se refiere a un procedimiento mejorado de separación de parafinas normales en el que se utiliza una etapa de desorción en dos etapas propiamente dichas para obtener una corriente de producto de parafinas normales de mayor pureza.

Descripción de la Técnica Anterior

5 La solicitante reconoce la abundancia de técnica anterior en el campo de la separación, especialmente de la técnica referente a las operaciones del tipo de lecho fijo en contracorriente a las que se hace referencia corrientemente como operaciones del tipo de lecho fijo de flujo simulado en contracorriente como se ilustra particularmente en la Patente de los EE.UU. Nº 2.985.589, del mismo inventor.

10 Patentes específicas de la técnica anterior que se consideran estrechamente relacionadas con la presente invención son la Patente de los EE.UU. Nº 2.985.589, de Gerhold; la Patente de los EE.UU. Nº 3.274.099, de Broughton; la Patente de los EE.UU. Nº 3.732.325, de Pharis y otros; la Patente de los EE.UU. Nº 3.696.107, de Neuzil; la Patente de
15 los EE.UU. Nº 3.723.302, de Pharis y otros; la Patente de los EE.UU. Nº 3.733.261, de Adams y otros; y la Patente de los EE.UU. Nº 3.715.409, de Broughton. Todas estas patentes se refieren a procedimientos de separación sólido-fluido en contracorriente simulada en los que un componente de
20 extracto de una corriente de alimentación se separa por adsorción selectiva sobre un adsorbente particular y subsiguientemente se recupera en una mayor concentración que la existente en la corriente de alimentación como corriente de producto. En cada procedimiento existen diversas zonas que
25 representan cantidades de material adsorbente en las que es

tán teniendo lugar las operaciones individuales. En cada uno de aquéllos, se utilizan al menos tres zonas de operación: una zona de adsorción, una zona de purificación y una zona de desorción. En la zona de adsorción, el material de extracto adsorbido selectivamente y quizás algunos materiales contaminantes son adsorbidos mientras que los materiales del refinado retenidos menos selectivamente quedan generalmente en los espacios vacíos intersticiales que rodean el adsorbente. La operación básica que tiene lugar en la zona de purificación es la purificación de los materiales de extracto adsorbidos presentes en el adsorbente; el adsorbente, al "pasar" a través de la zona de purificación, queda más concentrado en el material de extracto y menos concentrado en los materiales del refinado. En la zona de desorción, un material desorbente separa el material de extracto adsorbido del adsorbente.

La primera patente describe el concepto básico de un procedimiento de contacto sólido-fluido en contracorriente simulada que emplea un lecho fijo de adsorbente sólido que tiene corrientes de entrada y de salida en movimiento que permiten una segregación de zonas en las cuales están teniendo lugar funciones separadas con el fin de separar una corriente de alimentación en un componente producto de refinado y un componente producto de extracto.

La segunda patente, N° 3.274.099, incluye las mismas

etapas de procedimiento básicas que la primera patente, pero incluye además una corriente de entrada adicional en la zona de purificación, la cual está localizada entre la zona de adsorción y la zona de desorción. La corriente de entrada es un agente de barrido, un compuesto de tipo refinado (es decir, un material que relativamente no es adsorbido por el adsorbente) que tiene un punto de ebullición tal que permite la separación por destilación del componente de refinado de la alimentación, el cual se introduce en el proceso para empujar el material de refinado que está atrapado en los espacios vacíos intersticiales entre las partículas del adsorbente en la zona de purificación haciéndolo volver a una zona de adsorción a fin de impedir que material de refinado de la alimentación pase desde la zona de adsorción a través de la zona de purificación y entre en una zona de desorción contaminando de este modo un producto de extracto con material de refinado de la alimentación. En una realización, se utiliza el proceso de la Patente de los EE.UU. N.º 3.274.099 para separar parafinas normales de isoparafinas.

La Patente de los EE.UU. N.º 3.732.325 describe un procedimiento que emplea las mismas etapas de proceso básicas de la primera patente y un adsorbente particular para separar hidrocarburos aromáticos, particularmente los aromáticos en C_8 . En el proceso descrito en dicha patente, se in

5 introduce en la zona de purificación una corriente de purifi-
cación que comprende material de extracto. El material de
extracto puede tomarse bien sea de una salida de corriente
de extracto del proceso o de material de extracto que se
ha separado del material adsorbente en un fraccionador de
corriente de extracto. La corriente de purificación que
contiene el material de extracto desplaza de los espacios
vacíos intersticiales existentes entre las partículas de
10 adsorbente cualesquiera materiales de refinado arrastrados
a la zona de purificación, separa los contaminantes de la
alimentación adsorbidos por el adsorbente y reduce la can-
tidad de adsorbente que rodea normalmente las partículas
de adsorbente en la zona cuando no se utiliza corriente al-
guna de purificación.

15 La Patente de los EE.UU. Nº 3.696.107 describe un pro-
cedimiento para separar para-xileno a partir de una corrien-
te de alimentación que contiene una mezcla de aromáticos
C₈ que emplea las etapas de proceso básicas descritas en
la primera patente, un adsorbente de aluminosilicato cris-
20 talino particular y una operación de desorción en dos eta-
pas en la que una primera corriente de adsorbente se pone
en contacto con el adsorbente en la zona de desorción para
efectuar la desorción del para-xileno del adsorbente y una
segunda corriente de adsorbente se pone en contacto con el
25 adsorbente en la zona de desorción para efectuar la expul-

si3n de los para-xilenos desorbidos de los espacios vac3os intersticiales entre las part3culas del adsorbente. Se retira del proceso una sola corriente de extracto.

5 En la Patente de los EE.UU. N3 3.723.302, que describe un procedimiento para separar olefinas de parafinas que emplea las etapas de proceso b3sicas descritas en la primera patente y un adsorbente particular, se utiliza tambi3n una operaci3n de desorci3n en dos pasos. El procedimiento usa dos materiales desorbentes, entrando ambos en la zona de desorci3n. El primer material desorbente se pone en contacto con el adsorbente en la zona de desorci3n y hace que los contaminantes se desorban del adsorbente, mientras que el segundo material desorbente se utiliza para desorber las olefinas del producto del adsorbente contenido en la misma zona de desorci3n. Se retiran del proceso dos corrientes de extracto, una corriente de salida de contaminantes del extracto y una corriente de salida de olefinas del extracto.

10

15

20 La Patente de los EE.UU. N3 3.733.261 describe un procedimiento para separar olefinas de parafinas que emplea las etapas de proceso b3sicas de la primera patente mencionada. En dicho procedimiento se introduce un solo material desorbente en dos puntos de la zona de desorci3n y se retiran del proceso dos corriente de extracto, una corriente de contaminantes de extracto que contiene contaminantes arom3-

25

ticos y material desorbente y una corriente de olefinas del extracto que contiene olefinas y material desorbente.

La Patente de los E^U.UU. N^o 3.715.409 describe un procedimiento para la separación de hidrocarburos aromáticos que emplea cuatro zonas e incluye las etapas de: introducir una corriente de entrada de material de extracto en la zona de purificación para efectuar la desorción y el desplazamiento del material de refinado; introducir al menos una porción de la corriente de salida de refinado que sale de la zona de adsorción en la zona de regulación para efectuar la desorción y el desplazamiento del material desorbente; y hacer pasar una corriente de entrada de refinado al interior de una zona de adsorción para efectuar el desplazamiento de desorbente del adsorbente en dicha zona.

El procedimiento de esta invención se refiere a un procedimiento mejorado para separar parafinas normales a partir de una corriente de alimentación que contiene parafinas normales, isoparafinas e hidrocarburos aromáticos. En una realización, el procedimiento emplea un esquema de tratamiento en contracorriente de lecho móvil simulado en el cual al menos tres zonas se desplazan a través de la masa de adsorbente para permitir que diversas porciones de la masa de adsorbente se comporten como zonas de adsorción, purificación y desorción. La mejora comprende la utilización de una operación de desorción en dos etapas en la que (1)

un primer material desorbente se pone en contacto con adsorbente que contiene parafinas normales y aromáticos adsorbidos en la zona de purificación y desorbe los aromáticos; y, (2) un segundo material desorbente se pone en contacto con el adsorbente que contiene las parafinas normales adsorbidas en la zona de desorción y desorbe las parafinas normales. La mejora permite la obtención de un producto de parafinas normales que contiene cantidades reducidas de contaminantes de hidrocarburos aromáticos.

Con anterioridad a la presente invención, se han utilizado diversos métodos de pretratamiento de la corriente de alimentación o post-tratamiento del producto de parafinas normales, o ambos, para separar la totalidad o una porción de los contaminantes aromáticos. Tales métodos han incluido procesos de lavado con ácido, y de hidrogenación. Por el procedimiento de la presente invención, la concentración de contaminantes aromáticos en el producto de parafinas normales puede reducirse en el proceso de separación de parafinas normales propiamente dicho, eliminando así posiblemente la necesidad de tal pretratamiento de la corriente de alimentación y post-tratamiento del producto o al menos reduciendo la severidad de tales tratamientos.

La presente invención tiene utilidad particular en los casos en que las parafinas normales han de utilizarse como materias primas para la producción bioquímica de proteínas

destinadas al consumo animal o humano, y donde, por esta razón, los contaminantes aromáticos son particularmente perjudiciales.

5

RESUMEN DE LA INVENCION

De acuerdo con lo anterior, es un objetivo amplio de la presente invención proporcionar un procedimiento mejorado de separación de parafinas normales en el que la concentración de aromáticos de la alimentación contaminantes en la corriente de producto de parafinas normales se puede reducir empleando un primer material desorbente para separar sólo los aromáticos contaminantes adsorbidos en la superficie del adsorbente antes de poner en contacto el adsorbente con un segundo material desorbente para desorber las parafinas normales adsorbidas. El producto de parafinas normales se recupera después de ello con alta pureza y con una concentración baja de contaminantes de hidrocarburos aromáticos.

10

15

20

25

Resumiendo brevemente, la presente invención es, en su realización más amplia, un procedimiento mejorado para la separación de parafinas normales a partir de una corriente de alimentación que contiene una mezcla de parafinas normales e isoparafinas junto con hidrocarburos aromáticos, procedimiento que emplea un adsorbente que comprende una zeolita y comprende las etapas de: (a) poner en contacto dicho

adsorbente con dicha alimentación en condiciones de adsorción para efectuar la adsorción selectiva de parafinas normales y una porción de los hidrocarburos aromáticos por el adsorbente; (b) retirar una corriente de refinado que comprende isoparafinas adsorbidas menos selectivamente de dicho adsorbente; (c) poner en contacto dicho adsorbente con un material desorbente en condiciones de desorción para efectuar la desorción de las parafinas normales de dicho adsorbente; (d) retirar de dicho adsorbente una corriente de extracto que comprende parafinas normales; y, (e) hacer pasar al menos una porción de dicha corriente de extracto a unos medios de separación y separar en ellos en condiciones de separación parafinas normales del material desorbente, en el que la mejora comprende utilizar una operación de desorción en dos etapas que comprende las etapas de (i) poner en contacto en primeras condiciones de desorción dicho adsorbente con un primer material desorbente para efectuar la desorción de dichos hidrocarburos aromáticos de la alimentación; (ii) retirar una primera corriente de extracto que comprende dichos hidrocarburos aromáticos de la alimentación y dicho primer material desorbente de dicho adsorbente; (iii) poner en contacto en segundas condiciones de desorción dicho adsorbente con un segundo material desorbente para efectuar la desorción de las parafinas normales; (iv) retirar una segunda corriente de extracto que comprende pa

5 rafinas normales y un segundo material desorbente de dicho adsorbente; y (v) hacer pasar al menos una porción de dicha segunda corriente de extracto a unos medios de separación y separar en ellos en condiciones de separación las parafinas normales de dicho segundo material desorbente.

10 En otra realización, la presente invención es un procedimiento mejorado para la separación de parafinas normales a partir de una corriente de alimentación que comprende una mezcla de parafinas normales, isoparafinas e hidrocarburos aromáticos, procedimiento que emplea un adsorbente que comprende una zeolita selectiva respecto a la forma y comprende las etapas de: (a) mantener un flujo de fluido neto a través de una columna de un adsorbente en una sola dirección, columna que contiene al menos tres zonas que
15 tienen funciones operativas separadas que tienen lugar en ellas y que están interconectadas en serie con las zonas terminales de dicha columna conectada para proporcionar una unión continua de dichas zonas; (b) mantener una zona de adsorción en dicha columna, estando definida dicha zona por
20 el adsorbente localizado entre una corriente de entrada de alimentación en un límite situado aguas arriba de dicha zona y una corriente de salida de refinado en un límite situado aguas abajo de dicha zona; (c) mantener una zona de purificación inmediatamente aguas arriba de dicha zona de adsor
25 ción, estando definida dicha zona de purificación por el ad

sorbente localizado entre una corriente de salida de extracto en un límite situado aguas arriba de dicha zona de purificación y dicha corriente de entrada de alimentación en un límite situado aguas abajo de dicha zona de purificación, 5
teniendo dicha zona de purificación una corriente de entrada de agente de barrido localizada aguas arriba de dicha corriente de entrada de alimentación; (d) mantener una zona de desorción inmediatamente aguas arriba de dicha zona de purificación, estando definida dicha zona de desorción por 10
el adsorbente localizado entre una corriente de entrada de desorbente en un límite situado aguas arriba de dicha zona y dicha corriente de salida de extracto en un límite situado aguas abajo de dicha zona; (e) hacer pasar dicha corriente de alimentación al interior de dicha zona de adsorción 15
en condiciones de adsorción para efectuar la adsorción selectiva de las parafinas normales y los aromáticos por el adsorbente en dicha zona y retirar una corriente de refinado que comprende isoparafinas de dicha zona; (f) hacer pasar una corriente de entrada de desorbente en dicha zona de 20
desorción en condiciones de desorción para efectuar el desplazamiento de las parafinas normales del adsorbente en dicha zona y retirar una corriente de salida de extracto que comprende parafinas normales y material desorbente de dicha zona; (g) hacer pasar al menos una porción de dicha corriente de salida de extracto a unos medios de separación y sepa 25

rar en éstos, en condiciones de separación, las parafinas normales de dicho material desorbente; (h) introducir un agente de barrido en dicha zona de purificación; (i) hacer avanzar periódicamente a través de dicha columna de adsorbente en una dirección de aguas abajo con respecto al flujo de los fluidos en dicha zona de adsorción la corriente de entrada de alimentación, la corriente de salida de refinado, la corriente de entrada de desorbente, y la corriente de salida de extracto para efectuar el desplazamiento de zonas a través de dicho adsorbente y la producción de corrientes de salida de extracto y de refinado, en el que la mejora comprende utilizar una operación de desorción en dos etapas que comprende las etapas de: (i) introducir en dicha zona de purificación en mezcla con dicho agente de barrido un primer material desorbente y desorber en ella en primeras condiciones de desorción los aromáticos del adsorbente; (ii) retirar de dicha zona de adsorción una corriente de refinado que comprende las isoparafinas y los hidrocarburos aromáticos de la alimentación; (iii) introducir en dicha zona de desorción un segundo material desorbente, y desorber en ella, en segundas condiciones de desorción, las parafinas normales del adsorbente; (iv) retirar una corriente de extracto que comprende parafinas normales y dicho segundo material desorbente de dicha zona de desorción; y, (v) hacer pasar al menos una porción de dicha corriente

de extracto a unos medios de separación y separar en éstos en condiciones de separación las parafinas normales de dicho segundo material desorbente.

5 Otros objetos y realizaciones de la presente invención incluyen detalles acerca de mezclas de alimentación, adsorbentes, materiales desorbentes y condiciones de operación, todo lo cual se describe más adelante en esta memoria en la exposición que sigue de cada una de las facetas de la presente invención.

10

DESCRIPCION DE LA INVENCION

Con objeto de lograr una mejor comprensión del proceso de esta invención, se dan las siguientes definiciones de términos que se utilizan a lo largo de la presente memoria descriptiva.

15

El término "corriente de alimentación" indica una corriente en el procedimiento por la cual pasa el material de alimentación al adsorbente. Un material de alimentación comprende uno o más componentes de extracto y uno o más componentes de refinado. Un "componente de extracto" es un compuesto o tipo de compuestos que es adsorbido más selectivamente por el adsorbente, mientras que un "componente de refinado" es un compuesto o tipo de compuestos que es adsorbido menos selectivamente. En este procedimiento, las parafinas normales de la corriente de alimentación son com-

20

25

ponentes de extracto, mientras que las isoparafinas de la corriente de alimentación y la mayor parte de los aromáticos son componentes de refinado. Una pequeña porción de los aromáticos de la alimentación se adsorben en las superficies de las partículas del adsorbente, sin embargo, y por ello pueden considerarse como un componente de extracto en el sentido estricto del término. Usualmente, el término "componente de extracto" como se utiliza en esta memoria hace referencia a un compuesto o tipo de compuesto adsorbido más selectivamente que constituirá el producto deseado, tal como las parafinas normales en este proceso. El término "material desorbente" significará generalmente un material capaz de desorber un componente de extracto. Específicamente, el término "primer material desorbente" significará un material capaz de desorber los aromáticos de la alimentación adsorbidos en la superficie pero incapaz de desorber las parafinas normales adsorbidas del adsorbente, mientras que el término "segundo material desorbente" hará referencia a un material desorbente seleccionado para desorber las parafinas normales adsorbidas. El término "agente de barrido" significará un compuesto de tipo refinado admitido en el proceso con la finalidad principal de arrastrar por lavado los componentes de refinado del volumen vacío no selectivo (definido más adelante en esta memoria) del adsorbente. El término "corriente de desorbente" o "corrien

te de entrada de desorbente" indica la corriente por la cual pasa el material desorbente al adsorbente. El término "corriente de refinado" o "corriente de salida de refinado" significa una corriente por la cual se separan del adsorbente la mayoría de los componentes del refinado. La composición de la corriente de refinado puede variar desde prácticamente 100% de material desorbente hasta prácticamente 100% de componentes de refinado. El término "corriente de extracto" o "corriente de salida de extracto" significará una corriente mediante la cual se retira del adsorbente un material de extracto que ha sido desorbido por un material desorbente.

Aun cuando es posible por el procedimiento de esta invención producir parafinas normales de alta pureza (99% y superior) con elevadas recuperaciones (90% o mayor), se apreciará que un componente de extracto no es adsorbido nunca completamente por el adsorbente, y que un componente de refinado tampoco es no adsorbido nunca completamente por el adsorbente. Por consiguiente, pequeñas cantidades de un componente de refinado pueden aparecer en la corriente de extracto y, análogamente, pequeñas cantidades de un componente de extracto pueden aparecer en la corriente de refinado. Las corrientes de extracto y de refinado se distinguen por tanto adicionalmente una de otra y de la mezcla de alimentación por la proporción de las concentraciones de un

componentes de extracto y un componente de refinado que aparecen en la corriente de que se trate. Más específicamente, la proporción de la concentración de parafinas normales adsorbidas más selectivamente a la de las isoparafinas adsorbidas menos selectivamente será mínima en la corriente de refinado, será a continuación mayor en la mezcla de alimentación, y será máxima en la corriente de extracto.

5

Análogamente, la proporción de la concentración de las isoparafinas adsorbidas menos selectivamente a la de las parafinas normales adsorbidas más selectivamente será máxima en la corriente de refinado, a continuación será mayor en la mezcla de alimentación, y será mínima en la corriente de extracto. En una realización del presente proceso, existirán dos corrientes de extracto, una de las cuales contendrá

10

los aromáticos de la alimentación desorbidos, el primer material desorbente y prácticamente nada de parafinas normales, y la otra de las cuales contendrá las parafinas normales, el segundo material desorbente y una concentración reducida de los aromáticos de la alimentación. En otra realización del presente proceso, existirá una sola corriente de extracto que contendrá las parafinas normales, el segundo material desorbente y una concentración reducida de los aromáticos de la alimentación. Casi la totalidad de los aromáticos de la alimentación, junto con las isoparafinas

15

de la alimentación y el primer material desorbente, apare-

20

25

cerán en la corriente de refinado en esta última realización. La composición de la corriente de extracto, particularmente en esta última realización, puede variar desde prácticamente 100% de material desorbente hasta prácticamente 100% de componentes del extracto.

El término "volumen de poros selectivo" del adsorbente se define como el volumen de adsorbente que adsorbe selectivamente componentes del extracto del material de alimentación. El término "volumen vacío no selectivo" del adsorbente es el volumen del adsorbente que no retiene selectivamente componentes del extracto del material de alimentación. Este volumen incluye las cavidades del adsorbente que no contienen en absoluto puntos adsorbentes y los espacios vacíos intersticiales existentes entre las partículas del adsorbente. El volumen de poros selectivo y el volumen vacío no selectivo se expresan generalmente en cantidades volumétricas y tienen importancia para la determinación de los caudales adecuados de fluido requeridos que deben introducirse en una zona de operación para que tengan lugar operaciones eficientes para una cantidad dada de adsorbente.

Cuando el adsorbente "entra" en una zona de operación (que se define y describe más adelante en esta memoria) su volumen vacío no selectivo junto con su volumen de poros selectivo transportan fluido al interior de dicha zona. El

volumen vacío no selectivo se utiliza para determinar la cantidad de fluido que debe entrar en la misma zona en dirección de contracorriente con respecto al adsorbente para desplazar el fluido presente en el volumen vacío no selectivo. Si el caudal de fluido que entra en una zona es menor que la proporción de volumen vacío no selectivo del material adsorbente que entra en dicha zona, se producirá un arrastre neto de líquido al interior de la zona por el adsorbente. Puesto que este arrastre neto es un fluido presente en el volumen vacío no selectivo del adsorbente, en la mayoría de los casos dicho arrastre comprende componentes de la alimentación retenidos menos selectivamente.

El volumen de poros selectivo de un adsorbente puede en ciertos casos adsorber porciones de material refinado del fluido que rodea el adsorbente, dado que en ciertas ocasiones existe competencia entre el material de extracto y el material de refinado por los puntos adsorbentes existentes en el interior del volumen de poros selectivo. Si una gran cantidad de material refinado rodea al adsorbente con respecto al material de extracto, el material de refinado puede ser suficientemente competitivo para ser adsorbido por el adsorbente.

Los materiales de alimentación que pueden utilizarse en el procedimiento de esta invención serán fracciones hidrocarbурadas que tienen un intervalo de número de átomos

de carbono comprendido entre aproximadamente 6 átomos de carbono por molécula y aproximadamente 30 átomos de carbono por molécula. Típicamente, el intervalo de número de átomos de carbono de las fracciones hidrocarburadas será bastante estrecho, tal como desde aproximadamente tres a

5 aproximadamente seis átomos de carbono por molécula. Una fracción de keroseno C_{10} a C_{15} es una corriente de alimentación típica. Las corrientes de alimentación contendrán parafinas normales, isoparafinas y aromáticos en concentra

10 ciones variables, pero poco o nada de olefinas. Dependiendo del tipo de crudo del que se derive la fracción hidrocarburada y del intervalo de número de carbonos de la fracción, la concentración de parafinas normales variará típicamente desde aproximadamente 20 hasta aproximadamente 60% en volu

15 men de la alimentación, y la concentración de aromáticos desde aproximadamente 10 hasta aproximadamente 30% en volumen de la alimentación. Pueden existir más corrientes de alimentación anormales que tienen concentraciones de aromá

20 ticos de sólo aproximadamente 2 a aproximadamente 4% en volumen de la corriente de alimentación. Dado que los aromáticos de la alimentación, como las isoparafinas, no pueden entrar en los poros del adsorbente utilizado en este proceso debido a que el diámetro de su sección transversal es demasiado grande, casi la totalidad de los aromáticos aparecen en la corriente de refinado. Una pequeña porción,

25

sin embargo, se adsorbe con bastante tenacidad sobre las superficies de las partículas del adsorbente y aparece finalmente como un contaminante en el producto de extracto (parafinas normales). Los aromáticos de la alimentación pueden incluir aromáticos monocíclicos tales como benceno o alcoholbencenos; indanos o alcohol-indanos; y aromáticos bicíclicos que incluyen naftalenos, bifenilos, o los ace-naftenos. Los contaminantes aromáticos arriba mencionados pueden caracterizarse generalmente por tener la fórmula general C_nH_{2n-J} , donde J, tal como se utiliza en la técnica de la espectrometría de masas, indica un número específico que cuando aparece en la fórmula empírica arriba mencionada puede permitir la caracterización distintiva de tipos aromáticos complicados. El autor de la invención ha encontrado que ciertos hidrocarburos aromáticos J_6 y J_{12} son los que quedan retenidos con mayor fuerza sobre el adsorbente. Otros tipos de hidrocarburos aromáticos tales como los hidrocarburos J_8 ó J_{10} o incluso hidrocarburos de tipo J_{16} , podrían adsorberse también fuertemente.

El agente de barrido, definido previamente, tendrá preferiblemente un punto de ebullición que difiere suficientemente del punto de ebullición del componente de refinado de la corriente de alimentación para separarse fácilmente de la corriente de refinado por destilación accesoria subsiguiente. Así, en este proceso, el agente de barrido se

puede seleccionar entre los homólogos que hierven a temperatura superior o inferior de los componentes de cadena ramificada o cíclicos del material de alimentación. Como un ejemplo específico, un agente de barrido adecuado que puede utilizarse en la separación de parafinas normales de un material de alimentación C_{10} a C_{15} es el isooctano, que no es adsorbido por el adsorbente y que puede separarse de los componentes de refinado C_{10} - C_{15} por destilación.

El agente de barrido se suministra a un ritmo suficiente para igualar sustancialmente el volumen de espacio vacío entre las partículas de adsorbente que pasan por un punto dado en el ciclo de proceso para una velocidad de circulación dada, separando de este modo sustancialmente y de manera continua el material arrastrado, principalmente componentes de refinado, de entre las partículas de adsorbente a medida que éste último circula a lo largo del circuito del proceso. Los componentes del refinado desplazados se unen a la corriente de fluido que fluye en una dirección de flujo de aguas abajo y se retiran eventualmente de la fase fluída circulante por separación como la corriente de salida de refinado, la cual puede hacerse pasar después a unos medios de separación de la corriente de refinado en los que se pueden recuperar los componentes del refinado. La velocidad preferida de carga del agente de barrido en la zona de purificación es una velocidad de flujo igual o

mayor que la velocidad de flujo de los espacios vacíos entre las partículas de adsorbente, velocidad ésta que depende en cualquier caso particular del tamaño de partícula del adsorbente, tanto si se utiliza un proceso de lecho móvil como de lecho fijo, y de otros factores.

Los materiales desorbentes utilizados en el procedimiento de esta invención deben ser materiales que se separen fácilmente de la mezcla de alimentación. Tanto la corriente de refinado como la corriente de extracto (o corrientes, en aquellas realizaciones en las que hay más de una corriente de extracto) se separan del adsorbente en mezcla con materiales del desorbente. Sin un método de separación de estos materiales del desorbente, la pureza de los componentes del extracto y los componentes del refinado si se desea su recuperación no sería muy alta ni los materiales desorbidos quedarían disponibles para su reutilización en el proceso. Por esta razón, se considera que los materiales del desorbente tendrán un intervalo de ebullición diferente del de la mezcla de alimentación alimentada al adsorbente, lo que permitiría la utilización de fraccionamiento para separar los componentes del refinado y del extracto y haría posible la recuperación de los materiales del desorbente para su posible reutilización en el procedimiento.

Los primeros materiales desorbentes a utilizar en este

procedimiento comprenderán hidrocarburos aromáticos que tienen un punto de ebullición diferente del de la mezcla de alimentación. En la realización del presente procedimiento en la que se emplea un agente de barrido, el primer material desorbente tendrá también preferiblemente un punto de ebullición diferente del del agente de barrido para permitir la separación de aquél por destilación. Los primeros materiales desorbentes que pueden utilizarse en este procedimiento pueden comprender aromáticos tales como benceno, tolueno, los xilenos isómeros, y etilbenceno. En el ejemplo previamente dado en que habían de separarse las parafinas normales de una corriente de alimentación $C_{10}-C_{15}$ y se utilizaba isooctano como agente de barrido, para-xileno o etilbenceno podrían ser ejemplos de primeros materiales desorbentes adecuados. Cuando la primera mezcla desorbente se utiliza mezclada con el agente de barrido, la concentración del primer material desorbente en la mezcla puede estar comprendida entre aproximadamente 5 y aproximadamente 100% en volumen de la mezcla total. Más preferiblemente, la concentración estará comprendida en el intervalo de aproximadamente 15 a aproximadamente 40% en volumen. Como la función del primer material desorbente es desorber solamente los aromáticos de la alimentación adsorbidos en la superficie, es también importante que el primer material desorbente contenga poco o nada del segundo material desor

bente a fin de evitar la desorción de las parafinas normales. Preferiblemente, la concentración del segundo material desorbente en el primer material desorbente será menor que aproximadamente 1,0% en volumen.

5 El segundo material desorbente puede comprender cualquier parafina normal que tenga un punto de ebullición diferente del de la mezcla de alimentación. Se utiliza frecuentemente un segundo desorbente que comprende pentano normal, dado que éste se puede separar fácilmente de los materiales de alimentación utilizados generalmente en este proceso. El segundo material desorbente puede ser 100% de parafinas normales o puede estar constituido por menores concentraciones de parafinas normales en mezcla con un diluyente isoparafínico. Cuando se utiliza en mezcla con un diluyente, la concentración de parafinas normales estará comprendida típicamente entre aproximadamente 40 y aproximadamente 80% en volumen de la mezcla. Es importante que el

10 segundo material desorbente contenga poco o nada del primer material desorbente, dado que la presencia de aromáticos impide la desorción de las parafinas normales por el segundo material desorbente. Preferiblemente, la concentración del primer material desorbente en el segundo material desorbente será menor que aproximadamente 0,1% en volumen.

15 Los adsorbentes sólidos considerados para uso en esta memoria comprenderán zeolitas selectivas respecto a la for

25

ma, a las que se hace referencia corrientemente como tamices moleculares. El término "selectiva respecto a la forma" hace referencia a la capacidad de la zeolita para separar moléculas de acuerdo con la forma o el tamaño, debido a los poros de diámetro fijo en sección transversal de la zeolita. Las zeolitas pertenecen a un grupo de cristales de silicato de aluminio que tienen una estructura reticular en la que cada tetraedro de SiO_4 ó AlO_4 comparte todos sus vértices con otros tetraedros, agrupándose así todos los átomos de silicio, aluminio y oxígeno en la estructura. Estos cristales tienen una fórmula química en la que la proporción (Si+Al):(O) es de 1 a 2. De los diversos tipos de zeolitas conocidos, sólo aquéllos que tienen retículos rígidos son tamices moleculares adecuados. Cuando se forman por primera vez, los cristales de zeolita contienen agua en los intersticios definidos por el retículo. Por un calentamiento moderado, este agua puede expulsarse y los intersticios abiertos tienen entonces un tamaño uniforme y pueden admitir compuestos cuyos diámetros moleculares críticos máximos no son sustancialmente mayores que los diámetros mínimos de los intersticios. Los tamices moleculares de zeolita puros, en particular los sintéticos, se producen generalmente en la forma de masas pulverulentas blandas de cristales de pequeño tamaño. Para uso en procesos comerciales estos cristales de zeolita pueden

mezclarse con materiales aglutinantes tales como arcillas, alúmina u otros materiales, para formar partículas más robustas y más resistentes al frotamiento.

5 Los adsorbentes considerados para uso en este procedimiento comprenderán zeolitas que tienen diámetros de po
ro uniformes de 5 Angstroms tales como la chabasita o particularmente tales como el tamiz molecular tipo 5A de Lin
de, comercialmente asequible. Tal como se obtiene comercialmente, este último material se encuentra usualmente en
10 forma de un producto extruido o un módulo o en forma granular, y contiene zeolita 5A pura y un material aglutinante tal como arcilla. El adsorbente utilizado en este proceso tendrá generalmente forma de partículas que tienen un
intervalo de tamaños de partícula comprendido entre aproximadamente 841 y aproximadamente 420 micras.

15 El adsorbente se puede emplear en la forma de un lecho fijo compacto denso que se pone alternativamente en contacto con la mezcla de alimentación y con materiales desorbentes. En la realización más simple de la invención,
20 el adsorbente se emplea en la forma de un lecho estático simple, en cuyo caso el proceso es sólo semi-continuo. En otra realización, puede emplearse un grupo de dos o más lechos estáticos en contacto de lecho fijo con juegos de
válvulas apropiados de tal modo que la mezcla de alimentación se hace pasar a través de uno o más lechos de adsorben
25

te mientras que los materiales desorbentes pueden hacerse pasar a través de uno o más de los restantes lechos del grupo. El flujo de la mezcla de alimentación y de los materiales adsorbentes puede ser ascendente o descendente a través del desorbente. Puede utilizarse cualquiera de los aparatos convencionales empleados en el contacto fluido-sólido en lecho estático.

Los sistemas de flujo en contracorriente de lecho móvil o en contracorriente de lecho móvil simulado tienen, sin embargo, una eficiencia de separación mucho mayor que los sistemas de adsorbente en lecho fijo, y son preferidos por dicha razón. En los procesos de lecho móvil o lecho móvil simulado, las operaciones de adsorción y desorción tienen lugar continuamente, lo que permite la producción continua de una corriente de extracto y una corriente de refinado y el uso continuo de corrientes de alimentación y desorbente. Una realización preferida de este procedimiento utiliza lo que se conoce en la técnica como el sistema de flujo en contracorriente de lecho móvil simulado. Los principios y la secuencia de las operaciones de un tal sistema de flujo se describen en la Patente de los EE.UU. 2.985.589, del mismo inventor. En un tal sistema, es el movimiento progresivo descendente de los puntos de acceso de múltiples líquidos a lo largo de una cámara de adsorbente lo que simula el movimiento ascendente del adsorbente

POOR
QUALITY

5 contenido en la cámara. Sólo cuatro de las tuberías de acceso son activas en cualquier momento: las tuberías de acceso de la corriente de entrada de la alimentación, la corriente de entrada de desorbente, la corriente de salida de refinado, y la corriente de salida de extracto. Coincidente con este movimiento ascendente simulado del adsorbente sólido existe el movimiento del líquido que ocupa el volumen vacío del lecho ocupado por el adsorbente. Para que se mantenga un contacto en contracorriente, puede proporcionarse por medio de una bomba un flujo de líquido descendente a lo largo de la cámara del adsorbente. A medida que un punto de acceso de un líquido activo se desplaza a lo largo de un ciclo, esto es, desde el extremo superior de la cámara hasta el fondo, la bomba de circulación de la cámara se desplaza a lo largo de las diferentes zonas que requieren caudales distintos. Puede proveerse un controlador de flujo programado para establecer y regular estos caudales.

10
15
20
25 Los puntos de acceso de los líquidos activos dividen efectivamente la cámara de adsorbente en zonas separadas, cada una de las cuales tiene una función distinta. En esta realización de la presente invención, es generalmente necesario que estén presentes tres zonas de operación separadas a fin de que el proceso pueda tener lugar, aunque en algunos casos se puede utilizar una cuarta zona opcio-

nal.

La zona de adsorción, zona 1, se define como el adsorbente localizado entre la corriente de entrada de la alimentación y la corriente de salida del refinado. En esta zona, el material de alimentación se pone en contacto con el adsorbente, es adsorbido un componente del extracto, y se retira una corriente de refinado. Puesto que el flujo general a través de la zona 1 va desde la corriente de alimentación que entra en la zona hasta la corriente de refinado que sale de la zona, se considera que el flujo en esta zona tiene dirección de aguas abajo cuando transcurre desde la corriente de entrada de la alimentación hasta la corriente de salida del refinado.

Inmediatamente aguas arriba con respecto al flujo del fluido en la zona 1 se encuentra la zona de purificación, zona 2. La zona de purificación se define como el adsorbente situado entre la corriente de salida del extracto y la corriente de entrada de la alimentación. Las operaciones básicas que tienen lugar en la zona 2 son el desplazamiento del volumen vacío no selectivo del adsorbente de cualquier material refinado arrastrado a la zona 2 por el desplazamiento del adsorbente a esta zona y la desorción de cualquier material refinado adsorbido en el volumen de poros selectivo del adsorbente o adsorbido en las superficies de las partículas del adsorbente. La purificación se

efectúa mediante el uso de un agente de barrido y un primer material desorbente junto con, en algunos casos, una porción de material de la corriente de extracto que puede comprender tanto material del extracto como el segundo material desorbente que sale de la zona 3 y entra en la zona 2 por el límite de aguas arriba de la zona 2, de la corriente de salida del extracto. El flujo del material en la zona 2 tiene lugar en dirección de aguas abajo desde la corriente de salida del extracto hasta la corriente de entrada de la alimentación.

Inmediatamente aguas arriba de la zona 2 con respecto al fluido que fluye en la zona 2 se halla la zona de desorción o zona 3. La zona de desorción se define como el adsorbente existente entre la corriente de entrada del desorbente y la corriente de salida del extracto. La función de la zona de desorción es permitir que un segundo material desorbente que entra en esta zona desplace las parafinas normales que se adsorbieron sobre el adsorbente durante un contacto previo con la alimentación en la zona 1 en un ciclo anterior de la operación. El flujo del fluido en la zona 3 tiene lugar esencialmente en la misma dirección que en las zonas 1 y 2.

En algunos casos puede utilizarse una zona de regulación opcional, zona 4. Esta zona, definida como el adsorbente situado entre la corriente de salida del refinado y

la corriente de entrada del desorbente, si se utiliza, está localizada inmediatamente aguas arriba con respecto al flujo del fluido a la zona 3. La zona 4 se utilizaría para conservar la cantidad de desorbente utilizada en la etapa de desorción, dado que una porción de la corriente de refinado que se retira de la zona 1 puede hacerse pasar a la zona 4 para desplazar el material desorbente presente en dicha zona fuera de la misma enviándolo a la zona de desorción. La zona 4 contendrá suficiente adsorbente para que pueda evitarse que el material refinado presente en la corriente de refinado que sale de la zona 1 y entra en la zona 4 llegue a entrar en la zona 3 contaminando de este modo la corriente de extracto retirada de la zona 3. En los casos en que no se utiliza la cuarta zona de operación, la corriente de refinado que pasa de la zona 1 a la zona 4 tiene que ser controlada cuidadosamente a fin de que el flujo que va directamente desde la zona 1 a la zona 3 pueda detenerse cuando existe una cantidad apreciable de material refinado presente en la corriente de refinado que pasa de la zona 1 a la zona 3, con objeto de que no se contamine la corriente de salida del extracto. Para una descripción adicional de la operación en las zonas, véase la sección Descripción del Dibujo de esta memoria descriptiva.

En el proceso de esta invención pueden utilizarse tanto operaciones en fase líquida como en fase de vapor; no

obstante, se prefieren las operaciones en fase líquida a causa de los menores requerimientos de temperatura y las selectividades ligeramente mejoradas asociadas a las temperaturas más bajas empleadas en las operaciones en fase líquida. Las condiciones de adsorción incluirán un intervalo de temperatura que va desde 40°C hasta aproximadamente 250°C, y un intervalo de presión que va desde aproximadamente la atmosférica hasta aproximadamente 35,2 Kg/cm² manom. Las condiciones primeras y segundas de desorción incluirán el mismo intervalo de temperaturas y presiones utilizado para las condiciones de adsorción.

DESCRIPCION DEL DIBUJO

El dibujo adjunto ilustra una realización del procedimiento de esta invención. En resumen, el dibujo muestra cuatro zonas de operación separadas, la zona de adsorción 1, la zona de purificación 2, la zona de desorción 3 y la zona de regulación opcional 4; los conductos de conexión 10, 11, 12, 13 y 14; las corrientes de entrada 6, 7 y 9, y las corrientes de salida 5 y 8. Las cuatro zonas, tal como se muestran en el dibujo, son lechos estacionarios de partículas sólidas de adsorbente, pero en otros casos pueden estar constituidas por un conjunto de una o más cámaras individuales conectadas en serie. Cada una de las zonas individuales puede ser una sola cámara o una serie de lechos

apilados unos sobre otros en una columna constituyendo una zona. Así, en algunos casos cada una de las zonas arriba indicadas podría contener la misma cantidad general de adsorbente y tener las mismas dimensiones físicas generales, pero en otros casos algunas zonas pueden requerir más adsorbente que otras.

Como se muestra en el dibujo, el flujo de líquido neto global tiene lugar en dirección ascendente, pero en algunos casos una zona puede funcionar de tal manera que permita que el flujo del fluido tenga lugar durante un cierto período de tiempo en una dirección opuesta al flujo neto global del fluido. Se puede considerar que el flujo de las partículas del adsorbente tiene lugar en una dirección descendente para ayudar a comprender las etapas del procedimiento que se verifican en las diversas zonas. Durante las operaciones normales de lecho fijo en contracorriente, el material adsorbente permanece estacionario y las zonas individuales de adsorción, purificación, desorción y regulación, tal como se han definido, se desplazan a través del adsorbente por desplazamiento de las diversas corrientes de entrada y salida de un modo unidireccional a fin de permitir que el fluido fluya en una dirección en contracorriente con respecto al adsorbente sólido y producir continuamente corrientes de extracto y de refinado. En la mayoría de los casos, el desplazamiento de las corrientes de entra

5 da y salida a lo largo del lecho fijo del adsorbente se realiza simultáneamente y en distancias iguales a lo largo del lecho del adsorbente. En otros casos se desea que dos o más funciones de zona tengan lugar en el adsorbente entre dos corrientes de entrada y salida antes de desplazarse las corrientes de entrada y salida.

10 De acuerdo con la definición de las zonas previamente dada, la zona de adsorción 1 es el material adsorbente localizado entre la corriente de entrada de la alimentación 6 y la corriente de salida 5 de la corriente de refinado que está conectada a la zona 1 por la tubería 11. La zona de purificación 2 está localizada inmediatamente aguas arriba de la zona de adsorción 1 y comparte la corriente de entrada de la alimentación 6 como límite común con la zona de adsorción 1. La zona de purificación 2 es el adsorbente localizado entre la corriente de salida 8 del extracto y la corriente de entrada de la alimentación 6. Inmediatamente aguas arriba de la zona de purificación 2 está la zona de desorción 3 que comparte la corriente de salida del extracto 8 como límite común con la zona de purificación 2. La zona de desorción 3 es el adsorbente situado entre la corriente de salida del extracto 8 y la corriente de entrada del desorbente 9. Inmediatamente aguas arriba de la zona de desorción 3 se halla la zona opcional de regulación 4 que comparte la corriente de entrada del desorbente 9 como

15

20

25

5 límite común con la zona de desorción 3 y comparte la corriente de salida de refinado 5 como límite común con la zona de adsorción 1. La zona opcional 4 es el adsorbente localizado entre la corriente de entrada de desorbente 9 y la corriente de salida del refinado 5. En algunos casos se utiliza una cuarta zona opcional para evitar la contaminación del material de extracto con material de refinado de la zona 1.

10 Las zonas terminales 1 y 4 están conectadas por conductos de conexión 10 y 11. Los conductos de conexión permiten que una porción del fluido que sale de la zona 1 por la tubería 11 fluya eventualmente por la tubería 10 para entrar en la zona 4 ó en la zona 3 dependiendo de que se utilice o no la zona opcional, haciendo posible de este modo una circulación del fluido en circuito cerrado. Las tuberías 12, 13 y 14 son otros conductos de conexión que comunican, respectivamente, las zonas 1 y 2, las zonas 2 y 3 y las zonas 3 y 4 para permitir un paso continuo del fluido desde una zona a otra y a través de todas ellas. Específicamente, el material que sale de la zona de adsorción 1 por la tubería 11 puede pasar a la tubería 5 o una porción de él puede desviarse por la tubería 10 para pasar eventualmente a la zona de regulación 4. El material de alimentación que entra en el proceso por la tubería 6 pasa por el

15

20

25

conducto de conexión 12 y entra en la zona de adsorción 1.

En algunos casos, una porción del material fluido que sale de la zona de purificación 2 por la tubería 12 puede mezclarse con el material de alimentación, entrando en el proceso por la tubería 6, pasando de nuevo a la zona de adsorción 1. La tubería 13 es un conducto de conexión que permite, en algunos casos, que una porción del material fluido retirado de la zona de desorción 3 por dicha tubería 13 salve en derivación la tubería 8 y pase por dicha tubería 13 entrando en la zona de purificación 2. De un modo similar, la tubería 14 conecta la zona de regulación 4 y la zona de desorción 3, y una porción del material fluido que sale de la zona de regulación 4 puede retirarse de dicha zona, poniéndose en contacto con el material que entra en el proceso por la tubería de entrada de la corriente de desorbente 9 y entrar en mezcla con el desorbente por la tubería 14 en la zona de desorción 3. Esto hace posible una reducción en los requerimientos de desorbente del proceso procedentes de fuentes externas --es decir, de la tubería de entrada de la corriente de desorbente 9. La tubería 10 puede contener una bomba u otros medios de desplazamiento de fluidos a fin de inducir el flujo en el proceso en una dirección que pase desde la tubería 11 hacia la tubería 10 para entrar en la zona 4.

No se representan otras bombas y válvulas localizadas en las tuberías de entrada y salida, así como las tuberías

que conectan las diversas zonas que controlan el flujo de entrada, de salida y de paso a lo largo del proceso. Se supone que aquéllas podrían localizarse donde fuera necesario por un experto en la técnica para inducir y controlar un flujo apropiado de los fluidos en el proceso. Las corrientes de entrada que pasan a las diversas zonas pueden conectarse a fuentes de alta presión o medios de bombeo con objeto de inducir el flujo en el proceso, y las corrientes que salen del proceso pueden regularse por medio de válvulas de contrapresión para mantener caídas de presión reguladas a través de las zonas para inducir el flujo de los fluidos. En algunos casos se pueden localizar dispositivos unidireccionales de dirección del flujo tales como válvulas de retención en los conductos entre las diversas zonas si no se utiliza un circuito de bombeo con retorno.

Las operaciones que tienen lugar en las diversas zonas que se muestran en el dibujo son como sigue:

Las operaciones esenciales que tienen lugar en la zona 1 son el contacto de un material adsorbente con una corriente de alimentación y la adsorción selectiva de un componente de extracto en el volumen de poros selectivo del adsorbente y la adsorción de una pequeña cantidad de un componente de refinado en las partículas del adsorbente. En este proceso de separación, el componente de extracto está constituido por parafinas normales, y el componente

de refinado que se une a la superficie del adsorbente está constituido por hidrocarburos aromáticos. En los procesos de la técnica anterior, estos aromáticos adsorbidos en la superficie aparecen finalmente como contaminantes en la corriente de extracto. Una corriente de alimentación entra en el proceso por la tubería 6, y puesto que la dirección general global del flujo de los fluidos en dicha zona tiene sentido ascendente, aquélla pasa por la tubería 12 junto con cualquier material que pueda salir de la zona 2 por la tubería 12 para entrar en la zona 1.

A medida que la alimentación entra en la zona 1 es desplazado de dicha zona 1 un volumen igual de material de la corriente de refinado, abandonando dicha zona por la tubería 11. Una porción o la totalidad de la corriente de refinado que pasa por la tubería 11 se puede retirar del proceso por la tubería 5, y cualquier porción no retirada pasa por la tubería 10 para entrar en la zona 3 ó en la zona 4 dependiendo de que se utilice o no la zona opcional 4 en el proceso. La tubería 5 de la corriente de salida del refinado puede dirigirse a unos medios de separación (no representados) para la separación de los componentes del refinado de los materiales desorbentes.

El adsorbente de la zona 1 puede imaginarse que se mueve en una dirección en contracorriente con el flujo del fluido en la zona. Un flujo simulado de sólidos entra y

sale en de la zona de adsorción cuando las zonas se desplazan durante una porción del ciclo global de las operaciones. El adsorbente que entra en la zona 1 procede de la zona 3 o de la zona 4 dependiendo de que se utilice o no la zona opcional en el proceso. Si no se emplea la zona opcional 4, entonces el adsorbente que sale de la zona 3 y entra en la zona 1 contendrá generalmente material de sorbente presente tanto en los volúmenes vacíos no selectivos como en los volúmenes vacíos selectivos. En los casos en que se emplea la zona 4, entonces una porción de la corriente de refinado puede hacerse pasar por la tubería 10 a la zona 4 para desplazar el material desorbente de los volúmenes vacíos no selectivos presentes en las partículas de adsorbente en la zona 4 haciéndolo entrar en la zona 3 por la tubería 14. El adsorbente que pasa entonces desde la zona de regulación 4 a la zona de adsorción 1 contiene en su mayor parte material desorbente localizado en el interior del volumen de poros selectivo de las partículas del adsorbente que se requiere desorba el material de extracto en la zona 1. Aunque no se muestra en el dibujo, es posible tener material desorbente separado esencialmente de los volúmenes de poros selectivos poniendo adicionalmente en contacto el adsorbente con material refinado de pureza relativamente alta antes del contacto del adsorbente con la corriente de entrada de la alimentación en la por

5 ción de aguas arriba de la zona de adsorción. Esta característica, que constituye una parte de un proceso descrito en la Patente de los EE.UU. N° 3.715.409, es deseable en muchos sistemas debido a que se ha encontrado que la ausencia de desorbente en la zona de adsorción mejora la capacidad del adsorbente para adsorber y retener selectivamente el componente de extracto con relación al componente de refinado.

10 El adsorbente, al pasar a través de la zona de adsorción 1 desde su límite de aguas abajo hacia su límite de aguas arriba con respecto al flujo del fluido en dicha zona, adsorbe el material extracto de la corriente de entrada de la alimentación. Cuando el adsorbente sale de la zona de adsorción, contiene material de extracto y algo de material de refinado localizado en el seno del volumen de poros selectivo del adsorbente, junto con algo de material refinado adsorbido en las superficies de las partículas del adsorbente. El material presente en el volumen vacío no selectivo del adsorbente es generalmente material de refinado con pequeñas porciones de material de extracto procedente del material de alimentación que no han sido adsorbidas por el adsorbente. Este adsorbente pasa luego a la zona de purificación 2 entrando en dicha zona por su límite de aguas abajo de la tubería 6 de la corriente de entrada de la alimentación.

15

20

25

5 Cuando el adsorbente entra en la zona de purificación
2 procedente de la zona de adsorción 1, aquél contiene ge-
neralmente algo de material refinado presente en el volu-
men de poros selectivo del adsorbente, en el volumen vacío
no selectivo, y adsorbido en las superficies de las partí-
culas del adsorbente. La función de la zona de purifica-
ción 2 es entonces eliminar el material refinado tanto del
volumen de poros selectivo del adsorbente como del volumen
vacío no selectivo del adsorbente y de las superficies de
10 las partículas del adsorbente a fin de que el adsorbente
que sale de la zona de purificación por su límite de aguas
arriba (tubería 8) contenga una proporción de material re-
finado tan pequeña como sea posible, dado que éste podría
contaminar la corriente del producto extracto. Estas fun-
15 ciones se consiguen en la zona 2 de maneras diferentes. En
primer lugar, una porción de la corriente de extracto, una
mezcla de desorbente y material de extracto, entra en la
zona de purificación 2 desde la zona 3 por la tubería 13 y
desplaza cualquier material de refinado del volumen de po-
20 ros selectivo del adsorbente, barriendo el material de re-
finado desplazado y el material refinado procedente del vo-
lumen de poros no selectivo del adsorbente en dirección ha-
cia arriba en la corriente de fluido ascendente hacia la
tubería 5 de la corriente de salida del refinado. Como se
25 muestra en el dibujo, la zona de purificación da entrada

también a la tubería 7, a través de la cual fluye una mezcla que comprende un agente de barrido del tipo del refinado y un primer material desorbente. El agente de barrido suplementa por sí mismo la acción de lavado de la porción de la corriente de extracto que entra en la zona 2 procedente de la zona 3 por la tubería 13. El agente de barrido puede permitir también la retirada del material refinado de la alimentación del adsorbente al mismo tiempo que reduce la cantidad de corriente de extracto que entra en la zona 2. Una reducción en el material desorbente contenido como parte de la corriente de extracto que entra en la zona 2, mejora la capacidad del adsorbente para adsorber las últimas trazas del material de extracto del fluido que rodea el adsorbente en la zona de purificación. Adicionalmente, el agente de barrido, al ser un material de tipo de refinado relativamente no adsorbido, no incrementa la carga sobre el adsorbente en la zona 1 del ciclo de procedimiento y por tanto no reduce la capacidad del adsorbente para el material de extracto de nueva aportación que entra en la zona 1 por la tubería 6 como sucede con el flujo de corriente de extracto desde la zona 3 a la zona 2 por la tubería 13. Caudales razonables del agente de barrido o de la corriente de extracto, sin embargo, no separan apreciablemente la cantidad relativamente pequeña de material de refinado que está adsorbida con bastante tena-

cidad en la superficie de las partículas del adsorbente. Si bien la mayor parte de los hidrocarburos aromáticos que entran en el procedimiento con la corriente de alimentación salen del procedimiento como una parte de la corriente de salida del refinado por la tubería 5, una pequeña porción de estos aromáticos se adsorben sobre las partículas del adsorbente en la zona 1, pasan con el adsorbente a lo largo de la zona 2 y son desorbidos por el material desorbente en la zona 3 apareciendo como contaminantes en la corriente de extracto que sale del proceso por la tubería 8. Por esta razón, en la realización de la presente invención que se ilustra en el dibujo, un primer material desorbente en mezcla con el agente de barrido entra en la zona 2 por la tubería 7. Al ponerse en contacto el adsorbente en la zona 2 con el primer material desorbente, los contaminantes aromáticos adsorbidos en la superficie se desorben de las partículas del adsorbente y pasan, con ayuda del agente de barrido y de la porción de la corriente de extracto que entra en la zona 2 por la tubería 13, aguas abajo a través de la zona 2 hacia la tubería 5 de la corriente de salida de refinado. El primer material desorbente se elige de tal modo que sea específico para la desorción de los aromáticos contaminantes solamente y no para la desorción del material de extracto constituido por las parafinas normales. Así, el adsorbente que sale de la zona 2 y entra en

la zona 3 contiene parafinas normales en el volumen de poros selectivo y una concentración muy reducida de aromáticos contaminantes en las superficies de las partículas del adsorbente. Aun cuando la tubería 7 puede situarse en cualquier lugar a lo largo del material adsorbente localizado en la zona 2 desde su localización situada en el extremo de aguas arriba en la tubería 8 de la corriente de salida del extracto hasta su localización situada en el extremo de aguas abajo en la tubería 6 de la corriente de entrada de la alimentación, se prefiere que la tubería 7 esté localizada más estrechamente próxima a la tubería 8 de la corriente de salida del extracto a fin de que el agente de barrido y el primer material desorbente puedan fluir a través de la mayor parte de la longitud de la zona y realizar sus funciones respectivas. Es posible regular el flujo del fluido a lo largo de la zona 2 controlando la cantidad de material que entra en esta zona por la tubería 7, el material que entra en esta zona procedente de la zona 3 por la tubería 13, y la cantidad de material que sale de la porción del extremo superior de la zona 2 por la tubería 12.

El adsorbente que sale de la zona de purificación 2 pasa a la zona de desorción 3 por el extremo situado aguas abajo de dicha zona, la tubería 8 de la corriente de salida del extracto. La operación que tiene lugar en la zona

de desorción es esencialmente la separación de las parafinas normales del adsorbente. La separación se efectúa poniendo en contacto el adsorbente, que está ahora sustancialmente exento de aromáticos contaminantes adsorbidos en la superficie, con un segundo material desorbente capaz de desplazar las parafinas normales del volumen de poros selectivo del adsorbente. La corriente de entrada del desorbente, que comprende el segundo material desorbente, entra en el límite situado aguas arriba de la zona de desorción 3 por las tuberías 9 y 14. Al menos una porción de las parafinas normales desorbidas sale de la zona de desorción 3 en mezcla con un segundo material desorbente por la tubería 8 de la corriente de salida del extracto. La corriente de la tubería 8 de salida del extracto pasará luego a un medio de separación (no representado) en el que las parafinas normales se separarán del material desorbente. El adsorbente que abandona la zona de desorción 3 contiene material desorbente localizado tanto en el volumen de poros selectivo del adsorbente como en el volumen vacío no selectivo. El adsorbente entra luego en la zona opcional de regulación 4, entrando en la zona 4 por su límite de aguas abajo, la tubería 9 de la corriente de entrada del material desorbente.

En este procedimiento, la zona opcional 4 puede utilizarse tanto para conservar la cantidad de desorbente empleada en el procedimiento como para evitar la contaminación

del material de extracto por componentes del material refinado. Cuando se utiliza la zona de operación 4, es posible que una porción de la corriente de refinado que no sale por la tubería 5 pueda hacerse entrar en la zona 4 por las tuberías 10 y 11 a fin de desplazar el material de sorbente del volumen vacío no selectivo de las partículas del adsorbente en la zona 4 al propio tiempo que simultáneamente empuja el material desorbente fuera de la zona opcional 4 por la tubería 14, haciéndolo entrar en la zona 3. Como el material desorbente entra en el procedimiento por la tubería 9 se une al conducto 14 que conecta la zona opcional 4 con la zona de desorción 3, el material desorbente que es desplazado del adsorbente en la zona opcional 4 tiende a reducir los requerimientos del material desorbente que tiene que entrar por la tubería 9 en el procedimiento. El adsorbente sólido que sale de la zona 4 por su extremo de aguas arriba, es decir por la tubería 5 de la corriente de salida del refinado, contiene esencialmente material desorbente en su volumen de poros selectivo con material de refinado presente en el volumen vacío no selectivo del adsorbente.

En aquellos casos en que no se utiliza la zona opcional 4, es posible dejar pasar algo de la corriente de refinado de la zona 1 directamente a la zona 3. En tales casos, se requiere que la composición del material que sale

de la zona 1 por la tubería 11 y que salva en derivación la tubería 5 no contenga prácticamente nada de material de refinado. El material de refinado inicial retirado de la zona 1 contiene una concentración muy alta de material de sorbente y puede dejarse pasar desde las tuberías 10 y 11 a la zona 3. El flujo de corriente de salida de refinado que sale del proceso por la tubería 5 puede interrumpirse durante este tiempo. Cuando la corriente que entra por las tuberías 10 y 11 en la zona 3 contiene una cantidad apreciable de materia refinado, se interrumpe el flujo de entrada en la zona 3 por la tubería 10 y se retira entonces la corriente de salida del refinado por la tubería 5. Mientras que los materiales de refinado se están retirando por la tubería 5, puede dejarse entrar una fuente externa de material desorbente en la zona 3 por las tuberías 9 ó 10.

Las tuberías de entrada y de salida 5, 6, 7, 8 y 9 durante las operaciones normales transportan las corrientes respectivas que se han descrito previamente. Con objeto de hacer posible una operación continua, es necesario que todas y cada una de las corrientes individuales de entrada y de salida se desplacen en la misma dirección y en la mayoría de los casos al mismo tiempo. Mediante el desplazamiento de las corrientes de entrada y salida a través del lecho del adsorbente, junto con el requerimiento de que las

zonas terminales (la zona de adsorción 1 y la zona de regulación 4) tengan un conducto de conexión, es posible llevar a cabo continuamente las operaciones individuales que tienen lugar en las diversas zonas. Cuando las zonas arriba

5 descritas se desplazan por cantidades incrementadas a través del material adsorbente estacionario, el adsorbente se pone en contacto por el orden siguiente con la zona de adsorción, la zona de purificación, la zona de desorción y la zona de regulación respectivamente. Puede hacerse referencia a D.B. Broughton, Patente de los EE.UU. N.º 2.985.589,

10 y a un documento titulado "Continuous Adsorptive Processing -- A New Separation Technique", por D.B. Broughton, presentado en la 34ª Asamblea Anual de la Society of Chemical Engineers en Tokio, Japón, el 2 de abril de 1969, para una explicación adicional del esquema de flujos del proceso en

15 lecho móvil simulado en contracorriente.

Un avance cíclico de las corrientes de entrada y salida a través del lecho fijo del adsorbente puede realizarse utilizando un sistema de distribuidor en el que las válvulas del distribuidor se operan de una manera secuencial para efectuar el desplazamiento de las corrientes de entrada y salida en la misma dirección que el flujo del fluido global a través del lecho del adsorbente, para hacer posible un flujo del fluido con respecto al adsorbente sólido de

20 una manera en contracorriente. Otro modo de operación que

25

5 puede efectuar el flujo en contracorriente del adsorbente sólido con respecto al fluido implica el uso de una válvula de disco rotativo en el que las corrientes de entrada y salida están conectadas a la válvula y las tuberías a través de las cuales pasan las corrientes de alimentación, extracto, desorbente, purificación y refinado se hacen avanzar en la misma dirección a través del lecho del adsorbente. Tanto la disposición del distribuidor como la válvula de disco se conocen en la técnica. Específicamente, las 10 válvulas de disco rotativo que se pueden utilizar en esta operación pueden encontrarse en las Patentes de los EE.UU. 3.040.777 y 3.422.848. Las dos patentes arriba mencionadas describen una válvula de conexión de tipo rotativo en la que el avance adecuado de las diversas corrientes de entrada y salida a partir de fuentes fijas puede conseguirse 15 sin dificultad.

En muchos casos, una zona de operación contendrá una cantidad mucho mayor de adsorbente que alguna otra zona de operación. Por ejemplo, en algunas operaciones la zona de 20 regulación puede contener una cantidad menor de adsorbente en comparación con el adsorbente requerido para las zonas de adsorción y purificación. Puede verse también que en aquellos casos en que se utiliza un desorbente que puede desorber fácilmente el material de extracto del adsorbente, 25 se necesitará una cantidad relativamente pequeña de adsor-

bente en una zona de desorción en comparación con el adsorbente necesario en la zona de regulación, en la zona de adsorción o en la zona de purificación, o en todas ellas. Dado que no se requiere que el adsorbente esté localizado en una sola columna, el empleo de cámaras múltiples o de una serie de columnas está dentro del alcance de la invención.

No es necesario que la totalidad de las corrientes de entrada o salida se utilicen simultáneamente, y de hecho en muchos casos algunas de las corrientes pueden estar cerradas mientras que otras dan lugar a una entrada o salida de material. El aparato que puede utilizarse para llevar a cabo el procedimiento de esta invención puede contener también un gran número de lechos individuales que estén conectados en serie por conductos de comunicación y que tengan dispuestas en dichos conductos de comunicación tomas de entrada o de salida a las cuales puedan estar unidas las diversas corrientes de entrada o de salida descritas en esta memoria y puedan desplazarse alternativa y periódicamente a lo largo del procedimiento para efectuar una operación continua. En algunos casos, los conductos de conexión pueden conectarse a tomas de transferencia que durante las operaciones normales no funcionan como conducto a través del cual entre o salga material del procedimiento.

Se considera que la corriente de salida del extracto y la corriente de salida del refinado pueden pasar a dife-

rentes medios de separación a fin de que los componentes del extracto y los componentes del refinado se puedan separar de los materiales del desorbente presentes en las corrientes de salida arriba indicadas. Los medios de separación que pueden utilizarse para separar la corriente de salida del extracto y la corriente de salida del refinado serán preferiblemente columnas de fraccionamiento, pero pueden incluir también medios de extracción con disolventes o medios de separación por adsorción.

El tamaño de las unidades que pueden utilizar el proceso de esta invención puede variar tomando cualquier valor comprendido entre la escala de una instalación piloto (véase por ejemplo la Patente de los EE.UU. Nº 3.706.812 de la solicitante) y el de las instalaciones de diseño industrial, y los caudales pueden variar desde valores tan bajos como unos pocos cm^3 por hora hasta muchos miles de litros por hora.

EJEMPLO

El ejemplo que sigue se presenta para ilustrar el procedimiento de la presente invención, y no tiene por objeto limitar innecesariamente el alcance ni el espíritu de las reivindicaciones adjuntas a la presente memoria. Específicamente, el ejemplo ilustra la concentración reducida de contaminantes aromáticos en el producto de extracto de parafina

nas normales hecha posible por el proceso de la presente invención y no trata de determinar valores óptimos para las condiciones de operación tales como temperatura, presión o tipos de materiales desorbentes utilizados.

5 En este ejemplo se llevó a cabo un procedimiento en contracorriente en lecho móvil simulado para separar para finas normales con y sin el uso de un primer material desorbente en diversas concentraciones en mezcla con el agente de barrido para determinar el efecto sobre la concentración de aromáticos contaminantes en el producto de parafinas normales.

10

 El aparato utilizado en estos experimentos estaba constituido por una columna que contenía 24 lechos individuales de adsorbente, los cuales estaban conectados en serie por conductos de flujo. Los lechos contenían tomas de transferencia a las cuales estaban unidas tuberías de transferencia que permitían que el material entrase en el proceso o saliera del mismo de acuerdo con un ciclo de operaciones predeterminado.

15

 El aparato utilizado contenía cuatro zonas de operación separadas, aunque el proceso puede realizarse utilizando tres zonas de operación distintas. No se deseó utilizar un sistema de tres zonas, porque ello habría requerido modificación del aparato disponible.

20

 Haciendo referencia al dibujo adjunto para facilidad

25

de la explicación, una descripción del aparato empleado en este ejemplo es como sigue: Procediendo en dirección de aguas abajo desde la corriente de salida del refinado, tubería 5, hasta la zona 4, en dicha zona 4 existían cuatro lechos. La corriente de salida del refinado y la corriente de entrada del desorbente, que es el límite de aguas abajo de la zona 4, eran las únicas corrientes de entrada y salida de dicha zona. Procediendo desde esta corriente en dirección de aguas abajo hacia la zona 3, existían seis lechos de adsorbente en la zona 3 sin ninguna otra corriente de entrada o salida en la zona excepto la corriente de entrada del desorbente y la corriente de salida del extracto, que definía el límite de aguas abajo de la zona 3. Procediendo en dirección de aguas abajo desde la tubería 8, existía un total de 8 lechos de adsorbente en la zona de purificación 2. Un lecho de adsorbente aguas abajo de la corriente de extracto, tubería 8, se encontraba la tubería 7 a través de la cual entraba en el proceso el agente de barrido en mezcla con el primer material desorbente. Aguas abajo de la tubería 7 existían seis lechos de adsorbente con una entrada de corriente de lavado en línea (no representada en la figura) que entraba en la zona 2 en el límite de aguas abajo del sexto lecho. El lecho restante de la zona 2 estaba localizado aguas abajo de la corriente de entrada de lavado en línea e inmediatamente aguas arriba

del límite de aguas abajo de la zona 2 que es la corriente de entrada de la alimentación, tubería 6. El fin de la corriente de lavado en línea era separar los componentes de la alimentación de la tubería a través de la cual había pasado la alimentación después que la corriente de alimentación se hubiese desplazado a su nueva localización en una dirección de aguas abajo. Esto evitaba que la corriente de extracto se contaminase con el refinado durante las operaciones de purificación subsiguientes cuando esta tubería transportase material de purificación. Continuando en dirección de aguas abajo desde la tubería 6, existían seis lechos de adsorbente en la zona de adsorción 1. La tubería de la corriente de entrada de la alimentación fresca 6 y la tubería de la corriente de salida del refinado 5 eran las únicas corrientes de entrada y salida de esta zona.

Las zonas 1 y 4 se encontraban en los extremos opuestos del aparato de 24 lechos de adsorbente y estaban conectadas por un conducto 10 que contenía una bomba para inducir el flujo del material a lo largo de esta tubería en la misma dirección que el flujo de la alimentación en la zona 1. El conducto 10 y la bomba comprenden un circuito de bombeo con retorno que en estos experimentos era necesario a fin de inducir el flujo global de los fluidos en el procedimiento. No se requiere la utilización de un circuito de bombeo con retorno para inducir el flujo global de los fluidos

5 dos en el proceso. Dosificando una caída de presión adecuada a lo largo de las diversas corrientes de entrada y de salida conectadas a los lechos de adsorbente y estableciendo dispositivos de dirección del flujo tales como válvulas de retención en los conductos que conectan los lechos individuales del adsorbente, podría inducirse el mismo tipo de flujo de los fluidos.

10 Para que tenga lugar una operación continua en lecho móvil simulado, es necesario que después de un período de flujo en el proceso, todas las corrientes de entrada y salida se transfieran al menos un lecho de adsorbente a lo largo de una dirección de aguas abajo aproximadamente al mismo tiempo. El desplazamiento de las corrientes de entrada y salida uno o más lechos en una dirección de aguas

15 abajo comprende un período simple del ciclo completo de operaciones. El ciclo completo de operaciones tiene lugar cuando han transcurrido suficientes períodos individuales de operación para localizar las corrientes de entrada y salida en idénticas posiciones a las que ocupaban cuando se

20 inició el ciclo de operaciones. En todos los experimentos realizados en este ejemplo, el ciclo total de operaciones a lo largo de los 24 lechos del adsorbente para volver a la posición original de las corrientes de entrada y salida

25 era aproximadamente 1,1 horas, lo que equivalía a aproximadamente 2,75 minutos de flujo para cada período individual

de operaciones de los 24 períodos totales de operaciones que constituían el ciclo completo de operaciones.

5 El aparato completo contenía aproximadamente 42,8 litros de tamices moleculares Linde 5A, que constituían el adsorbente. Los tamices contenían aproximadamente 4,28 litros de volumen de poros selectivo y aproximadamente 25,5 litros de volumen vacío no selectivo, y tenían una distribución de tamaños de partícula de aproximadamente 1190 a 420 micras.

10 El material de alimentación era una fracción hidrocarburada C_{10} a C_{16} . La composición se muestra en la Tabla 1.

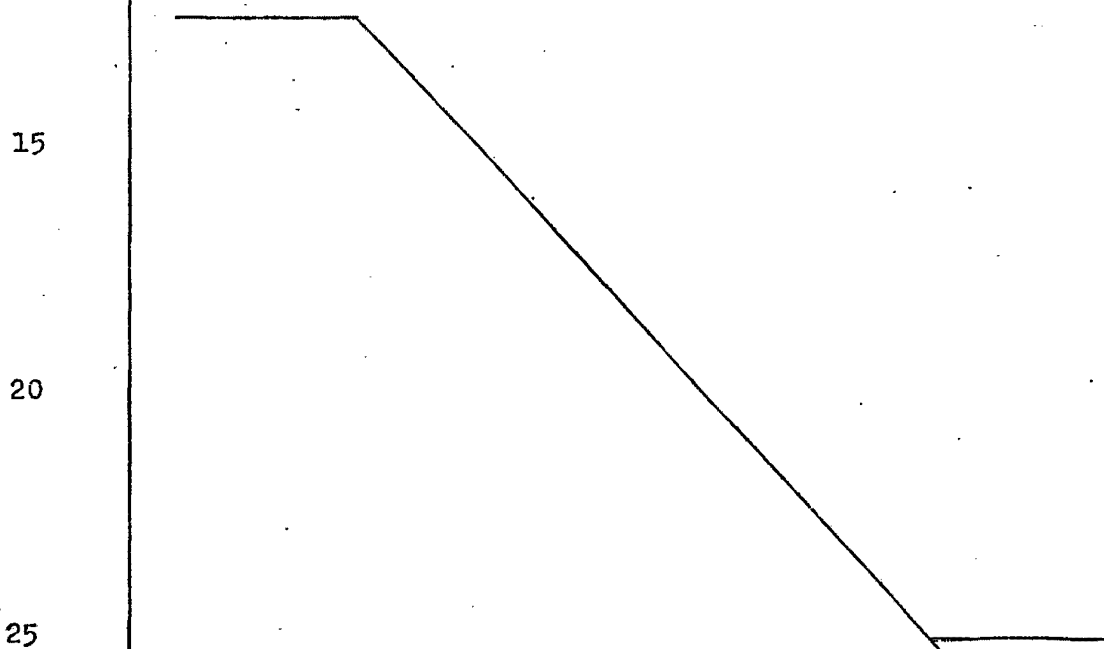


TABLA Nº 1
Composición del Material de Alimentación

5	n-C ₁₀	<u>% en peso</u> 2,8
	n-C ₁₁	9,2
	n-C ₁₂	10,3
	n-C ₁₃	10,7
	n-C ₁₄	6,3
10	n-C ₁₅	2,8
	n-C ₁₆	0,6
	n-C ₁₇	<u>< 0,1</u>
	Total de n-parafinas:	42,7
15		<u>% en volumen</u>
	Aromáticos	7,8
	Olefinas	0,0
	Parafinas + naftenos	<u>92,2</u>
20		100,0
25		

El primer material desorbente era una mezcla de xilenos, y el agente de barrido era isooctano. El primer material de sorbente se cargó en la zona 2 del proceso en mezcla (en varios niveles de concentración) con el agente de barrido. El segundo material desorbente era pentano normal que se cargó en la zona 3 en mezcla con isooctano. Se utilizó una mezcla 50/50% en volumen de pentano normal e isooctano. Todos los experimentos se llevaron a cabo a aproximadamente 177°C y a una presión de aproximadamente 21,1 kg/cm² manom.

En el control de las condiciones de funcionamiento para los diversos experimentos, un factor importante que se consideró fue la proporción de reflujo existente en las diversas zonas de operación. La proporción de reflujo en una zona dada se define como el flujo líquido neto que entra en la zona en cuestión menos el volumen vacío no selectivo del adsorbente que entra en dicha zona, dividido todo ello por el volumen de poros selectivo del adsorbente que entra en la zona. La proporción de reflujo se presenta en la ecuación 2 a continuación:

Ecuación 2:

$$\text{Proporción de Reflujo} = \frac{\text{Flujo de Líquido que entra en la Zona} - \text{Volumen vacío no selectivo del Adsorbente que entra en la Zona}}{\text{Volumen de Poros Selectivo del Adsorbente que entra en la Zona}}$$

Por esta razón, puede verse que en aquellos casos en que la proporción de reflujo es 0, el flujo de líquido que entra en una zona es exactamente igual al volumen vacío no selectivo del adsorbente que entra en dicha zona. En los

5 casos en que la proporción de reflujo es un número positivo, el flujo líquido neto que entra en la zona en cuestión excede del volumen de los espacios vacíos no selectivos del adsorbente que entra en dicha zona, lo que permite que el flujo de líquido que entra en la zona purgue cualquier

10 líquido arrastrado por el volumen vacío no selectivo del adsorbente que entra en dicha zona. En los casos en que la proporción de reflujo global es un número negativo, el volumen de líquido presente en el volumen vacío no selectivo del adsorbente que entra en la zona en cuestión excede

15 del caudal de líquido que entra en dicha zona. Esto significa que el líquido retenido por el adsorbente en los espacios vacíos no selectivos no es totalmente separado del adsorbente antes de entrar éste en la zona.

La proporción de reflujo de las zonas en los experimentos era siempre positiva, de tal modo que había suficiente líquido entrando en cada zona procedente de una corriente de entrada o de material que salvase en derivación una corriente de salida procedente de una zona situada inmediatamente aguas arriba de la zona en cuestión, para purgar eficazmente el adsorbente.

20

25

Se realizaron cuatro experimentos para demostrar la concentración reducida de aromáticos contaminantes en el producto de extracto hecha posible por la presente invención. Los resultados de los cuatro experimentos junto con las condiciones de operación básicas necesarias para reproducirlos, se muestran en la Tabla N.º 2 a continuación:

Tabla N.º 2
Resultados de los Experimentos

10	Experimento	1	2	3	4
	Caudales, Litros/hora a 15,6°C:				
	Corriente de alimentación	6,32	6,13	6,28	6,59
	Primer desorbente + Agente de barrido que entra en la zona 2	5,75	5,75	5,83	5,83
15	Segundo desorbente + isooctano que entra en la zona 3	30,89	31,38	30,66	31,15
	Proporciones de reflujo:				
	Zona 2	112,5	115,2	114,8	114,7
	Zona 4	49,1	50,0	49,8	49,8
20	% de Xileno en la mezcla de primer desorbente + agente de barrido	0	8	26	44
	% en peso de n-parafinas en el producto de extracto	99+	99+	99+	99+
	Aromáticos netos en el producto de extracto, partes por millón en peso	1400	1200	<100	<100
25	Eficiencia de la extracción ^{FE} , %	96,0	94,5	93,5	91,5

*
#

Definida como la proporción de material de extracto en la corriente de extracto dividido por la cantidad de material de extracto en la suma de las corrientes de refinado y de extracto.

5

10

15

20

25

Para el experimento 1 no se utilizó el primer material desorbente (mezcla de xilenos); solamente entraba en la zona 2 el agente de barrido (isooctano). La concentración de aromáticos en el producto de extracto fue de 1400 partes por millón en peso para dicho experimento 1. Para los experimentos 2, 3 y 4, la mezcla de primer material desorbente más agente de barrido contenía respectivamente 8, 26 y 44% en volumen de mezcla de xilenos y produjo concentraciones de aromáticos en el producto de extracto de 1200, <100, y <100 partes por millón en peso respectivamente, demostrando así la ventaja del presente procedimiento. Las concentraciones de aromáticos menores de aproximadamente 100 partes por millón en peso no pudieron cuantificarse con mayor precisión debido a la falta de técnicas analíticas exactas en el intervalo de pocas partes por millón. La eficiencia de la extracción se veía afectada por el uso de un material de primer desorbente en la zona 2, como se muestra por la disminución desde 96,0% de eficiencia sin primer desorbente para el experimento 1 hasta 91,5% obtenido cuando se empleó 44% de xilenos para el experimento 4. Esto es

debido evidentemente a la selectividad del adsorbente, el tamiz molecular 5A, para los xilenos. Los xilenos se adsorben en la superficie, dejando la red interior del tamiz parcialmente bloqueada para la adsorción de las parafinas normales, lo que da como resultado una disminución en la recuperación del producto.

5

10

15

20

25

REIVINDICACIONES

5

10 1ª.- Un procedimiento mejorado para la separación de parafinas normales a partir de una corriente de alimentación que contiene una mezcla de parafinas normales e isoparafinas junto con hidrocarburos aromáticos, procedimiento que emplea un adsorbente que comprende una zeolita selectiva con respecto a la forma y que comprende las etapas de: (a) poner en contacto dicho adsorbente con dicha alimentación en condiciones de adsorción para efectuar la adsorción selectiva de las parafinas normales y de una porción de los hidrocarburos aromáticos por el adsorbente; (b) retirar una corriente de refinado que comprende las isoparafinas adsorbidas menos selectivamente de dicho adsorbente; (c) poner en contacto dicho adsorbente con un material desorbente en condiciones de desorción para efectuar la desorción de las parafinas normales de dicho adsorbente; (d) separar de dicho adsorbente una corriente de extracto que comprende parafinas normales; y, (e) hacer pasar al menos
20 una porción de dicha corriente de extracto a un medio de se

25

paración y separar en éste, en condiciones de separación, las parafinas normales del material desorbente, cuya mejora comprende utilizar una operación de desorción en dos etapas, que comprende las etapas de: (i) poner en contacto en primeras condiciones de desorción dicho adsorbente con un primer material desorbente para efectuar la desorción de dichos hidrocarburos aromáticos de la alimentación;

(ii) retirar una primera corriente de extracto que comprende dichos hidrocarburos aromáticos de la alimentación y dicho primer material desorbente de dicho adsorbente; (iii) poner en contacto en segundas condiciones de desorción dicho adsorbente con un segundo material desorbente para efectuar la desorción de las parafinas normales; (iv) retirar una segunda corriente de extracto que comprende parafinas normales y segundo material desorbente de dicho adsorbente; y (v) hacer pasar al menos una porción de dicha segunda corriente de extracto a un medio de separación y separar en éste, en condiciones de separación, las parafinas normales de dicho segundo material desorbente.

2ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª caracterizado adicionalmente por el hecho de que dicha corriente de alimentación tiene un intervalo de número de átomos de carbono comprendido entre aproximadamente 6 y aproximadamente 30 átomos de carbono por molécula.

3ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª caracte

1 rizado adicionalmente por el hecho de que dicho adsorbente
es zeolita 5A.

5 4a.- El procedimiento de la reivindicación 1a caracte-
rizado adicionalmente por el hecho de que dicho primer ma-
terial desorbente comprende hidrocarburos aromáticos que
tienen un punto de ebullición diferente del de los hidro-
carburos aromáticos contenidos en la corriente de alimenta-
ción.

10 5a.- El procedimiento de la reivindicación 1a caracte-
rizado adicionalmente por el hecho de que dicho segundo ma-
terial desorbente comprende parafinas normales que tienen
un punto de ebullición diferente del de las parafinas nor-
males contenidas en la corriente de alimentación.

15 6a.- El procedimiento de la reivindicación 1a caracte-
rizado adicionalmente por el hecho de que dichas condicio-
nes de adsorción, primeras condiciones de desorción y segun-
das condiciones de desorción, incluyen una temperatura com-
prendida dentro del intervalo que va desde aproximadamente
40°C hasta aproximadamente 250°C y una presión comprendida
20 entre aproximadamente la atmosférica y aproximadamente
35,2 kg/cm² manom.

25 7a.- El procedimiento de la reivindicación 4a caracte-
rizado adicionalmente por el hecho de que dichos hidrocar-
buros aromáticos se seleccionan del grupo constituido por
benceno, tolueno, etilbenceno y los isómeros de xileno.

1 8ª.- El procedimiento de la reivindicación 5ª caracterizado adicionalmente por el hecho de que dicho segundo material desorbente comprende pentano normal.

5 9ª.- Un procedimiento mejorado para la separación de parafinas normales a partir de una corriente de alimentación.

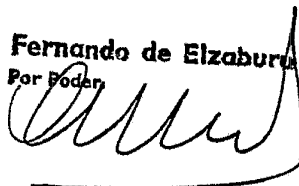
Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y para los fines que se han especificado.

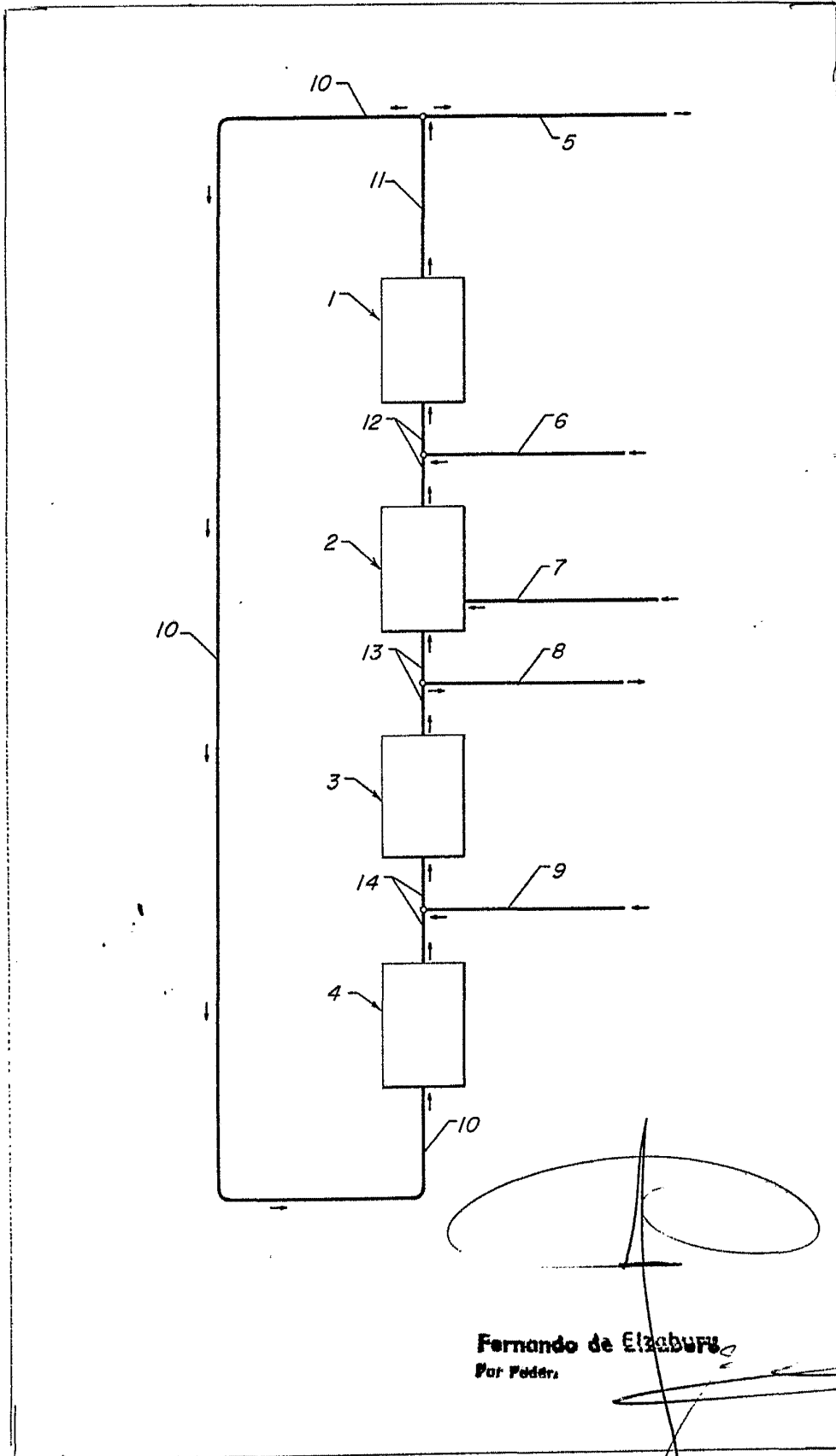
10 Esta Memoria consta de sesenta y siete hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 24. SET. 1977

P.A.

Fernando de Elzaburu
Por Poder





Fernando de Elizaburu
Por Poderes