



ESPAÑA

19 ES	11 NUMERO 456.068	10 A 1
	22 FECHA DE PRESENTACION 18-2-1977	

PATENTE DE INVENCION

P.- 65.234

Case 1736

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO 659.393	19-2-76	E.U.A.

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL C07C	42 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
------------------------	--	--------------------------------------

52 TITULO DE LA INVENCION
"UN PROCEDIMIENTO COMBINADO DE SEPARACION DE XILENOS Y TRANSAL
COHILACION DE TOLUENO"

71 SOLICITANTE (S)
UOP INC.

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Ten UOP Plaza, Algonquin & Mt Prospect Roads, Des Plaines,
Illinois 60016, Estados Unidos de América

72 INVENTOR (ES)
Michel Jacques Henry

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
DON OSCAR DE ELZABURU FERNANDEZ

1 El presente invento se refiere a un procedimiento
en el que se transalcohila una mezcla de tolueno y alcohol-
bencenos de C_9 para formar benceno y alcoholbencenos de C_8 .
Específicamente se refiere al fraccionamiento del efluente
5 de la zona de reacción de un procedimiento en el que se
transalcohila una mezcla de tolueno y alcoholbencenos de C_9
a benceno y alcoholbencenos de C_8 .

10 El benceno, etilbenceno y los isómeros del xileno
se han preparado generalmente y separado junto con tolueno
del petróleo por una serie de unidades de tratamiento como
sigue: (1) En una unidad de crudo, el petróleo crudo se
fracciona en cortes de diversos intervalos de ebullición,
uno de los cuales es un corte de nafta que hierve en un in-
tervalo de aproximadamente 38 a 177°C. (2) Después de des-
15 pentanizar o desisohexanizar la nafta, se hace pasar a una
unidad de desulfuración y reformación, en la que se separa
el azufre hasta que quede menos de una parte por millón y
los precursores aromáticos de la nafta son transformados en
sus aromáticos respectivos. (3) El efluente de la unidad de
20 reformación, que contiene normalmente aproximadamente 30 a
60% de aromáticos se hace pasar a una unidad de extracción
de aromáticos, en la que se utiliza normalmente bien un gli-
col o sulfolano como disolvente para extraer los componentes
aromáticos de los no aromáticos. El extracto que contiene
25 aproximadamente 99,9% de aromáticos se trata con arcilla
para reducir el contenido de olefinas y se separa en una
zona de fraccionamiento para preparar los diversos componen-
tes aromáticos en corrientes purificadas según se desee. Va-
rias variables importantes afectan la cantidad de productos
30 aromáticos individuales obtenidos por el esquema de trata-

1 miento anterior, siendo la más importante de ellas la cali-
dad del crudo y el mercado para los productos. Los crudos
varían significativamente en calidad con relación al conteni-
do de aromáticos y precursores de aromáticos, y respecto
5 a la relación de aromáticos y precursores de aromáticos por
el número de carbonos. Aunque hay una variación significa-
tiva, el benceno (B) tolueno (T) y xileno (X, incluyendo
etilbenceno) se producen típicamente en la relación siguien-
te:

10

benceno = 1

tolueno = 2, 5 a 3,0

xileno y etilbenceno = 2,0 a 2,5

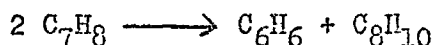
15

Aunque parece que los índices de producción del
tolueno y xileno pueden ser mayores que los del benceno,
benceno real, tolueno y xileno, la producción de EE.UU. en
1973 fue de 5492, 3538 y 3092 millones de litros por segun-
do respectivamente. El consumo es mucho mayor de benceno
que de tolueno o xileno, y por consiguiente, la producción
de tolueno y xileno se ha restringido, normalmente por uno
20 de dos medios. Primeramente, puede tratarse un corte de nafa
ta con un punto final de aproximadamente 110-149°C, con lo
que se reduce sustancialmente los precursores de tolueno y
xileno en la alimentación de la unidad de reformación; y
en segundo lugar puede utilizarse una unidad de desalcohila-
ción para convertir el tolueno en benceno. Una explicación
25 adicional de que la producción de benceno sea mayor que la de
tolueno o xileno está relacionada con la producción de aro-
máticos a partir de los aceites ligeros de horno de coque,
alquitrán de hulla, y procedimientos de pirólisis, que es
30 similar a la de estas fuentes en la distribución de bence-

1 no, tolueno y xileno producidos. Aunque puede haber una va-
riación sustancial de un productor a otro, el benceno, to-
lueno y xileno comprenden aproximadamente 80, 15 y 5% res-
pectivamente de los aromáticos BTX producidos en estos pro-
cedimientos.

5 Tanto los procedimientos de desalcoholación de
tolueno, térmicos como catalíticos, están disponible para
producir benceno. Tanto la desalcoholación catalítica como
la térmica se practican en presencia de hidrógeno a tempe-
10 raturas de reacción elevadas a aproximadamente 648-704°C pa-
ra alcanzar más del 95% de desalcoholación a benceno.

Un desarrollo del procedimiento relativamente nue-
vo es un procedimiento de transalcoholación catalítica en el
que se transalcohila tolueno a benceno y xileno en presencia
de hidrógeno. El procedimiento es ventajoso cuando se com-
para con los procedimientos de desalcoholación en el sentido
de que el consumo de hidrógeno se reduce sustancialmente y
las temperaturas de reacción son menos severas. En un proce-
dimiento de transalcoholación en el que el tolueno es un
20 material de alimentación, la principal reacción que tiene
lugar es como sigue:



25 En el procedimiento se alcanzan esencialmente ren-
dimientos molares de benceno y xileno, y aunque el rendimien-
to en volumen teórico de benceno a partir de tolueno es apro-
ximadamente 84% por desalcoholación, el rendimiento en volu-
men teórico combinado de benceno y xileno es aproximadamente
100% por transalcoholación de tolueno. Del producto aromático
30 de C_8 , solamente 1 a 2% es etilbenceno, comprendiendo los

1 isómeros de xileno el resto en las proporciones siguientes:
para 23-25%, meta 50-55% y orto 23-25%.

5 Además del benceno y los productos aromáticos de C_8 , aproximadamente 2 al 4% del reaccionante se convierte en hidrocarburos ligeros, tales como metano y etano, y aromáticos pesados que contienen 10 o más átomos de carbono. Se produce en la reacción un producto alcohilaromático que contiene 9 átomos de carbono, pero después de la separación del efluente de la zona de reacción, puede recircularse hasta extinción en la zona de reacción. Aunque el principal reaccionante introducido en el procedimiento es tolueno, pueden también emplearse aromáticos de C_9 y transformarse principalmente en xileno y un aromático de C_{10} . Por ejemplo el trimetilbenceno se convierte principalmente en xileno y tetrametilbenceno.

15 El procedimiento del presente invento es aplicable a un procedimiento de transalcohilación en el que se transalcohila una mezcla de tolueno y alcoholbenceno de C_9 en una zona de reacción en la que no se alcanza la conversión completa de los reaccionantes, requiriendo por tanto la separación y recirculación a la zona de reacción de los reaccionantes sin reaccionar.

20 Un objeto del presente invento es proporcionar un procedimiento mejorado en el que se transalcohilan tolueno y alcoholbencenos de C_9 para proporcionar un producto de benceno y xileno.

25 Un objeto específico del invento es reducir el consumo de energía en un procedimiento de transalcohilación para convertir tolueno y alcoholbencenos de C_9 en benceno y xileno.
30

1 Por consiguiente, el presente invento proporciona
un procedimiento combinado de separación de xileno y tran-
2 salcoholación de tolueno, para producir benceno y ortoxile-
3 no, que comprende las etapas de: (a) transalcoholar una mez-
4 cla de tolueno y alcoholbenceno de C_9 en una zona de trans-
5 alcoholación en condiciones de transalcoholación para pro-
6 ducir un efluente de la zona de transalcoholación que com-
7 prenda benceno, tolueno, alcoholbencenos de C_8 , alcoholben-
8 cenos de C_9 y alcoholbencenos de C_{10} ; (b) fraccionar al me-
9 nos de una parte de dicho efluente de la zona de transalco-
10 hilación en una columna de destilación en la que el benceno
11 y el tolueno se recuperan como fracción de cabeza y los ma-
12 teriales más pesados que el tolueno se recuperan como una
13 fracción de fondo; (c) fraccionar dicha fracción de benceno
14 y tolueno en una columna de fraccionamiento para producir
15 un producto de benceno y recuperar una corriente rica en to-
16 lueno que comprende al menos una parte de la carga a la zona
17 de transalcoholación; (d) hacer pasar al menos una parte de
18 dicha fracción de fondo, que comprende el material más pesa-
19 do que el tolueno, a un fraccionador de xileno, y recuperar
20 por cabeza una corriente que comprende ortoxileno y recupe-
21 rar como fracción de fondo una corriente que comprende alco-
22 hilbencenos de C_9 y C_{10} ; (e) hacer pasar la fracción de fon-
23 do de alcoholbenceno de C_9 y C_{10} a una zona de fraccionamien-
24 to para recuperar por cabeza una corriente que comprende
25 alcoholbencenos de C_9 , cargando al menos una parte de dicha
26 corriente de alcoholbencenos de C_9 en la zona de transalco-
27 hilación; (f) rehervir la columna que proporciona el produc-
28 to de benceno por intercambio de calor indirecto con vapores
29 procedentes de la columna que produce alcoholbencenos de C_9
30

1 como fracción de cabeza; y, (g) rehervir la columna que pro-
duce benceno y tolueno como fracción de cabeza por intercam-
bio de calor indirecto con una corriente que comprende vapo-
res de ortoxileno obtenidos como fracción de vapor de cabeza.
5 del fraccionador de xileno.

En un procedimiento típico de la técnica anterior,
el efluente de una zona de reacción de transalcoholación de
tolueno que contiene benceno, tolueno, xileno, aromáticos de
C₉ y aromáticos más pesados que los de C₉ se separa en una
10 zona de fraccionamiento en producto y corrientes de recir-
culación cada una de las cuales contiene un único componen-
te aromático de número de carbono de elevada pureza. El ben-
ceno, xileno y los aromáticos más pesados que los de C₉ se
retiran como corrientes de producto, mientras que el tolueno
15 y los aromáticos de C₉ se recirculan como dos corrientes
purificadas separadas a la zona de transalcoholación. En la
zona de fraccionamiento, el efluente de la zona de reacción
se separa típicamente para formar benceno como la fracción de
cabeza de un primer fraccionador, tolueno como la fracción
20 de cabeza de un segundo fraccionador, aromáticos de C₈ como
la fracción de cabeza de un tercer fraccionador, aromáticos
de C₉ como la fracción de cabeza y aromáticos de C₁₀ como
la fracción de fondo de un cuarto fraccionador. La fracción
de fondo de cada columna se hace pasar como alimentación a
25 la siguiente columna de la serie. Cada fraccionador está
provisto de un sistema de condensación de la fracción de ca-
beza y reflujo y un sistema rehervidor indirecto de la frac-
ción de fondo conocido por los expertos en la técnica.

30 Se consiguió una mejora significativa de este pro-
cedimiento de la técnica anterior cuando se descubrió que

1 podía eliminarse una columna, y el equipo de intercambio
de calor muy caro se elimina por una modificación en el es-
2 quema de flujo. Así, en lugar de "desprender" solamente el
componente más ligero de una mezcla multicomponente se in-
5 tentó un fraccionamiento más radical. Así, el primer frac-
cionador separó el efluente de la zona de reacción dando
BF como fracción de cabeza y alcohol-aromáticos de C_8 a C_{10}^+
como fracción de fondo. La fracción de fondo de C_8 a C_{10}^+ se
envía a un segundo fraccionador. Allí se retira un alcohol-
10 benceno de C_8 , ortoxileno, como una corriente de producto de
cabeza mientras que los alcoholaromáticos de C_9/C_{10}^+ se re-
tirarían como una fracción de fondo. Los otros isómeros aromá-
ticos de C_8 se enviaron a una unidad de isomerización. La
fracción de BF y la fracción de C_9/C_{10}^+ se hacen pasar a un
15 tercer fraccionador, en lugares separados de la columna, y
se separan en una corriente de producto de cabeza que con-
tiene benceno, una corriente de recirculación de corte la-
teral que contiene aromáticos de C_7 y C_9 mezclados, y una
corriente de producto de fondo que contiene aromáticos de
20 C_{10}^+ . Cada fraccionador estaba provisto de un sistema re-
hervidor de la fracción de fondo indirecto y condensación de
la fracción de cabeza indirecto conocido por los expertos
en la técnica. El producto ortoxileno, recuperado como frac-
ción de cabeza, se empleó para rehervir el fraccionador
25 aguas abajo de la unidad de transalcoholación. Los benefi-
cios de este esquema de tratamiento incluyen: (1) la eli-
minación de un cuarto fraccionador que incluye un sistema
de condensación de la fracción de cabeza y un sistema de
rehervidor de la fracción de fondo, y (2) reducción de las
30 necesidades de instalación, puesto que los vapores de C_9 pro

1 porcionan calor para vaporizar el benceno para la separación
de benceno-tolueno. Este esquema de flujo se llamará esquema
I, y no es una parte del presente invento.

5 De modo similar, el esquema de flujo que empleando
el "desprendimiento" de un componente puro único a partir
de una mezcla multicomponente se llamará esquema II. El es-
quema II tampoco es una parte del presente invento.

10 El presente invento se llamará esquema III. Es una
mejora de ambos esquemas de la técnica anterior en el que
se permite ahorros sustanciales en los costes de instalación
cuando se compara tanto con el esquema I como con el esquema
II.

15 La realización específica del invento representada
en el dibujo muestra una zona de transalcoholilación y una
zona de isomerización. Estas unidades y sus diversos fraccio-
nadores están interconectados de modo que resulte un ahorro
significativo de coste de instalación. A su vez se discuti-
rá cada circuito separado.

20 En el circuito de transalcoholilación, se carga una
alimentación de aromáticos a una columna de benceno por las
tuberías 10 y 11. La columna de benceno 1 proporciona un
producto de benceno puro como corriente de cabeza en la tu-
bería 12. La entrada de calor requerida en la columna 1 se
suministra por el rehervidor 1R. Los aromáticos más pesados
25 que el benceno se recuperan como fracción de fondo por la
tubería 13 y se cargan por la tubería 14 en la zona de tran-
salcoholilación 2. El efluente de la zona 2 en la tubería 15
consiste en BTX y aromáticos más pesados. Estos materiales
se separan en el fraccionador 3, o la columna BT, en una
30 fracción de cabeza que consiste en benceno y tolueno. Esta

1 fracción de cabeza se devuelve por la tubería 16 a la colum-
na de benceno 1. Los xilenos y aromáticos más pesados se re-
cuperan de la columna BT como fracción de fondo por la tu-
bería 17. La entrada de calor a la columna BT 3 se suminis-
5 tra por el rehervidor 3R.

El circuito de isomerización recibe como corriente
de alimentación tanto alimentación rica en xileno de una
fuente exterior por la tubería 18 como xileno y materiales
más pesados en la tubería 17 derivada de la columna BT en
10 el circuito de transalcoholación. Estos xilenos y aromáticos
más pesados se cargan por la tubería 19 en el separador de
xileno 4. El meta y para-xileno (m-X y p-X), se recuperan en
cabeza y se cargan a la zona de isomerización 5. La zona 5
15 también incluye una instalación para la separación por ab-
sorción de para-xileno de los xilenos mixtos. Aunque se pre-
fiere la separación por absorción, pueden también emplearse
otros esquemas de recuperación de para-xileno, por ejemplo
esquemas de cristalización. El efluente de la zona de sepa-
ración de para-xileno se isomeriza hasta una composición sus-
20 tancialmente en equilibrio. El efluente de la zona 5, que
contiene xilenos mixtos se carga al separador de xileno 4
por las tuberías 22 y 19. El para-xileno se retira de la zo-
na 5 por la tubería 27. El orto-xileno (o-X) y los aromáti-
cos de C_9+ se recuperan como fracción de fondo del separador
de xileno 4 por la tubería 21. Esta corriente se carga a la
25 columna 6 de orto-xileno. El orto-xileno se recupera en ca-
beza por la tubería 23. El requerimiento de reflujo para la
columna 6 de orto-xileno se suministra por medios no mostra-
dos en la columna 6 por vapor de orto-xileno condensado en
30 el condensador 6 C. Los aromáticos de C_9+ se recuperan de la

1 columna 6 por la tubería 24. Estos aromáticos se separan en
una fracción de cabeza de C_9 y C_{10} y una fracción de fondo
5 C_{10}^+ por la columna 7 de C_9/C_{10} . El material de C_{10}^+ se re-
tira por la tubería 26 y se emplea como gasolina de mezcla
o para otros fines. La fracción de cabeza, que comprende al-
coholaromáticos de C_9 y C_{10} vaporizados, se hace pasar por
el condensador 7C y una parte del condensado se devuelve
10 por medios no mostrados como reflujo a la columna 7. Los
aromáticos de C_9 y C_{10} no requeridos como reflujo se cargan
por las tuberías 25 y 14 a la zona de transalcohilación 2.

Los fraccionadores, bombas, equipos de intercambio
de calor, y otros detalles de interconexión de las diversas
zonas de reacción y fraccionadores son bien conocidos en la
técnica.

15 El hecho clave del presente invento es el descu-
brimiento de que interconectando los fraccionadores y las
zonas de reacción como se muestra, y por el empleo de la
fracción de cabeza de la columna 6 para la columna de reher-
vido 3, y el empleo de la fracción de cabeza de la columna 7
20 para rehervir la columna 1, puede conseguirse un ahorro sig-
nificativo en las instalaciones. La magnitud del ahorro pue-
de realizarse mejor comparándola con los dos esquemas de
flujo de la técnica anterior, citados antes como esquema I
y esquema II. El esquema I, proporcionado por la combinación
25 de las columnas 1 y 7 en una sola columna. La ventaja del es-
quema I de la técnica anterior era que eliminaba el equipo
de intercambio de calor 1R y 7C. La desventaja del esquema
I era que mezclando el material de C_9^+ en la tubería 24 con
el material de benceno y tolueno relativamente puro en la
30 columna 1 se degrada seriamente la operación de esta columna.

1 Parece que mucho del trabajo hecho al obtener una fracción
de BT concentrada, y fracción de C_9+ concentrada, se perdía
mezclando estas dos corrientes en un fraccionador común.
Así, el esquema I dió como resultado el mayor coste de ins-
5 talación de cualquiera de los esquemas estudiados, incluso
aunque el esquema I ahorraría significativamente en el cos-
te capital de la unidad.

El esquema II es un esquema convencional en el que
el "desprendimiento" de un componente puro como fracción de
10 cabeza de una mezcla de multicomponentes ocurre sucesivamente
en varios fraccionadores en serie. Dicho esquema de fraccio-
namiento puede ser considerado como una versión ampliada del
tren de fraccionamiento BTX comunmente encontrado aguas aba-
jo de las unidades de extracción de aromáticos. Así, un pri-
15 mer fraccionador separa el benceno como fracción de cabeza
mientras que se envía todo el resto al segundo fraccionador.
El segundo fraccionador separa el tolueno como fracción de
cabeza, mientras que se envía todo el resto al tercer frac-
cionador. El tercer fraccionador separa los xilenos como
20 fracción de cabeza, mientras que se envía el material de C_9+
todavía a un cuarto fraccionador. Dicho esquema tiene una
atrayente simplicidad, y pudiera pensarse que daría como re-
sultado un coste de instalaciones más bajo, porque significa-
ría que cada corriente de producto solamente podría llevarse
25 a reflujo una vez. Así, en el primer fraccionador, o fraccio-
nador de benceno, el benceno se lleva a reflujo a la columna
y el producto de benceno se retira como corriente pura. Si
el benceno y tolueno se retiran ambos como fracción de cabe-
za, el benceno producido todavía ha de separarse del tolueno,
30 y el benceno ha de llevarse a reflujo una segunda vez en la

1 columna que separa el benceno del tolueno. Aunque esta teoría, de llevar a reflujó sólo el producto, parece razonable, en la práctica produce un consumo de instalaciones mucho más significativo que en el método del presente invento, el
5 esquema III. Solamente es en el esquema III, que proporciona para un tren de fraccionamiento no convencional, y para un método no convencional de columnas de rehervido y corrientes de cabeza de condensación en el que se consigue la máxima economía. La fracción de vapor de la columna de orto-xileno 6 proporcionan casi el calor suficiente para suministrar el consumo de calor total requerido en la columna BT3. De modo similar, los vapores de cabeza de la columna 7 proporcionan casi el calor suficiente para suministrar el calor del rehervidor requerido en la columna 1. Se requiere un pequeño rehervidor "ajustado", no mostrado en el dibujo, tanto en la columna 1 como en la columna 3. Estos rehervidores "ajustados" proporcionan un control de procedimiento, permiten una rápida puesta en marcha, y añaden la ligera cantidad de consumo de calor requerido que no es suministrado por
15 las corrientes de cabeza de condensación respectivas.

20 Este esquema de flujo es también inusual porque emplea vapores de condensación de C_9 y C_{10} para hervir el tolueno (el material en el fondo de la columna 1 es principalmente tolueno), aunque empleando vapores de condensación de C_8 para hervir el material que también está comprendido principalmente de aromáticos de C_8 (el material en el fondo de la columna 3 consiste principalmente en xilenos). Se consideraría más convencional emplear vapores de condensación de C_8 para hervir vapores de C_7 y vapores de condensación de C_9
25 para hervir vapores de C_8 . Sin embargo, dicho sistema no se-

30

1 ría óptimo debido a que la cantidad de calor contenida en
los vapores de xileno es mucho mayor que la cantidad de ca-
lor requerida en la columna 1 de benceno, y la cantidad de
5 calor en los vapores de C_9 y C_{10} no es ni siquiera suficien-
te para hervir el material en la columna 6. Se cree que esta
relación se mantendrá así para cualquier unidad que combine
la transalcoholación y la isomerización como la que se mues-
tra y que emplee como una fuente de alimentación principal
10 corrientes de alimentación derivadas del reformado catalíti-
co.

Los reaccionantes adecuados para el presente proce-
dimiento son tolueno solo, alcoholbenceno de C_9 solo, o una
mezcla de los dos. Tanto el tolueno como el alcoholbenceno
de C_9 se preparan comunmente como corrientes de producto
15 de un procedimiento de extracción de aromáticos en el que
los componentes aromáticos de un material de alimentación
que contiene alcoholbencenos de C_6-C_9 y no aromáticos del
mismo intervalo de ebullición se extraen generalmente por
un disolvente bien sulfolano o glicol en una fase disolvente.
20 Los componentes aromáticos se separan por fraccionamiento del
disolvente, y los componentes aromáticos se separan en una
zona de fraccionamiento en cortes de benceno, tolueno, alco-
hilbenceno de C_8 y alcoholbenceno de C_9 . De este modo, se
hacen disponibles corrientes de aromáticos de elevada pure-
za. El tolueno así preparado contiene normalmente aproximada-
mente 5 a 500 ppm en peso de contaminantes mientras que la
25 corriente de alcoholbenceno de C_9 contiene generalmente menos
de aproximadamente 1,0% en peso de contaminante. Los reacti-
vos de alcoholbenceno de C_9 adecuados para el presente pro-
cedimiento incluyen 1,2,3-trimetilbenceno, 1,2,4-trimetilben

1 ceno, 1,3,5-trimetilbenceno, 1,2-metiletilbenceno, 1,3-meti-
letilbenceno, 1,4-metiletilbenceno, n-propilbenceno e iso-
propilbenceno. De estos, se prefieren los isómeros de tri-
5 metilbenceno. Aunque el tolueno solo o el alcoholbenceno de
 C_9 solo, es un reaccionante de alimentación de nueva aporta-
ción adecuado para el presente procedimiento, se prefiere la
mezcla de los dos en la que el tolueno comprende 75 a 25%
molar y el alcoholbenceno de C_9 comprende el resto.

1 10 El benceno y el xileno son los productos deseados
del procedimiento presente. Respecto a este último, el para-
xileno es el isómero preferido, aunque no se prepara en una
forma purificada por el presente invento pero se prepara en
mezcla con otros isómeros de xileno y etilbenceno. Aunque la
15 reacción principal es una reacción de transalcoholación en
la que el radical metilo o etilo pasa desde un anillo de al-
coholbenceno a otro, también tiene lugar la desalcoholación
con un resultado neto de formación de parafinas de C_1-C_4 y
rendimientos inferiores de alcoholbenceno de C_{10} que los que
se predecirían por una reacción de transalcoholación sencilla.
20

Para efectuar una reacción de transalcoholación, se
utiliza generalmente un catalizador de transalcoholación,
pero no se intenta limitar respecto a un catalizador espe-
cífico. Un experto en la técnica está familiarizado con va-
rios catalizadores de transalcoholación adecuados para emple
25 en el presente invento. Por ejemplo, es adecuada una compo-
sición catalítica que comprende un componente de mordenita que
tiene una relación molar de SiO_2/Al_2O_3 de al menos 40:1 pre-
parada por extracción ácida de Al_2O_3 de la mordenita prepa-
rada con una relación molar inicial de SiO_2/Al_2O_3 de apro-
30

1 ximadamente 12:1 a aproximadamente 30:1 y un componente me-
tálico seleccionado de cobre, plata y zirconio. Los haluros
de metal de tipo Friedel-Krafts tal como cloruro de aluminio
han sido empleados con buenos resultados y son adecuados pa-
5 ra empleo en el presente procedimiento. Se han encontrado
adecuados los haluros de hidrógeno, haluros de boro, haluro
de metales del grupo I-A, haluros de metales del grupo del
hierro, etc. Los óxidos inorgánicos refractarios, combinados
10 con los materiales catalíticos antes mencionados y otros
conocidos se han encontrado útiles en las operaciones de
transalcoholación. También han sido empleados aluminosili-
catos cristalinos en la técnica como catalizadores de trans-
alcoholación. Otros catalizadores que incluyen un componen-
te de mordenita y un componente metálico seleccionado de un
15 activador metálico del grupo VIII son conocidos en la técni-
ca.

Las reacciones de transalcoholación se efectúan pre-
feriblemente a una temperatura de aproximadamente 204 a 538
°C de una forma continua utilizando un catalizador en un le-
20 cho fijo. Una operación en fase vapor, preferiblemente en
presencia de hidrógeno, es más deseable que una operación
en fase líquida. Puede utilizarse un tiempo de contacto, ex-
presado en términos de velocidad espacial horaria de liqui-
do, de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 20 horas⁻¹ o
25 más. Se recomienda una presión de aproximadamente 1 a 60 at-
mósferas para efectuar la transalcoholación de alcoholbence-
nos tales como tolueno y alcoholbenceno de C₉. Se emplea pre-
feriblemente el catalizador de transalcoholación en forma de
un lecho fijo en una zona de reacción de la zona de transal-
30coholación y se carga continuamente la corriente de reactan-

1 te en la zona de reacción, haciendo pasar los hidrocarburos
sobre el lecho catalizador, y retirando los hidrocarburos
convertidos de la zona de reacción.

5 Después de enfriar a aproximadamente 38°C, el
efluente resultante del reactor de transalcoholación se hace
pasar a un recipiente, no mostrado, y forma una fase gaseo-
sa principalmente de hidrógeno y una fase líquida, siendo
recirculada la primera a la zona de reacción, aunque también
10 puede ser retirada una parte del procedimiento con el fin
de mantener una pureza de hidrógeno en la corriente gaseosa
de recirculación de hidrógeno a un valor adecuadamente ele-
vado, y haciéndose pasar la última fase a una columna de se-
paración, no mostrada, en el que los gases ligeros que in-
cluyen parafinas de C₁-C₄ se separan de la fase líquida. Pa-
15 ra realizar el enfriamiento de rutina, el calentamiento y la
separación encontrados en la zona de transalcoholación, se
requieren calentadores caldeados con aceite o gas, medios de
intercambio de calor indirectos, un cilindro de separación,
una columna de separación, un gas de recirculación de hidró-
20 geno, compresor, etc, todos bien conocidos en la técnica. El
efluente líquido de la zona de transalcoholación, separado
de los hidrocarburos ligeros, contiene alcoholbencenos de
C₆ a C₁₀, incluyendo benceno, tolueno sin reaccionar, al-
coholbenceno de C₈, alcoholbenceno de C₉ sin reaccionar y al-
coholbenceno de C₁₀, y también algo de alcoholaromáticos de
25 C₁₀⁺

30 El tolueno y los alcoholbencenos de C₉ adecuados
como reaccionantes para el presente procedimiento se prepara-
ran comúnmente como corrientes de producto de un procedimien-
to de extracción de aromáticos y su zona de fraccionamiento

1 asociada. El procedimiento de extracción de aromáticos es
bien conocido en la técnica y comprende normalmente una zo-
na de extracción líquido-líquido y una sección de destila-
ción extractora. Una alimentación de hidrocarburo normalmen-
5 te en un intervalo de punto de ebullición de aproximadamente
66°C a 177°C, y que incluye aproximadamente 30-60% en volu-
men de aromáticos y 70-40% de parafinas y naftenos, se pone
en contacto con un disolvente, normalmente sulfolano o un
glicol. El producto del extracto de la sección de extrac-
10 ción se hace pasar comunmente a una sección de fracciona-
miento, en la que se emplean técnicas de destilación ordi-
narias para separar los alcohilbencenos de C_6-C_{10} en bence-
no, tolueno, alcohilbenceno de C_8 , alcohilbenceno de C_9 y
fracciones más pesadas. Dos de estas fracciones, la fracción
15 de tolueno y la fracción de alcohilbenceno de C_9 son adecua-
das como reaccionantes en la zona de transalcoholación del
presente procedimiento. Sin embargo, un fabricante que está
produciendo productos de benceno y xileno por transalcoholi-
cación de tolueno y alcohilbenceno de C_9 es también probable
20 que prepara productos de BTX por un procedimiento de extrac-
ción de aromáticos y por consiguiente, es beneficioso combi-
nar las zonas de fraccionamiento del procedimiento de extrac-
ción de aromáticos y el procedimiento de transalcoholación
mezclando el efluente del extracto del procedimiento de ex-
25 tracción de aromáticos y el efluente líquido de la zona de
transalcoholación, y hacer pasar la mezcla a una zona de
fraccionamiento única. En este caso, no se necesita introdu-
cir reaccionantes de nueva aportación en la zona de transal-
coholación excepto aquellos que se introducen en la zona
30 de fraccionamiento del presente procedimiento en la corrien-

1 te de extracto de la zona de extracción de aromáticos, se separan en la zona de fraccionamiento y se recirculan a la zona de transalcoholación como se ha descrito anteriormente.

5 En la práctica convencional, se tratan con arcilla varias corrientes de alimentación o de producto de las columnas de fraccionamiento para reducir el contenido de olefina de los productos aromáticos hasta un nivel aceptable. El tratamiento se efectúa haciendo pasar una corriente a una temperatura de aproximadamente 149 a 260°C y presión
10 suficiente para mantener una fase líquida, aproximadamente 15 a 40 atmósferas, sobre una arcilla natural adecuada a una velocidad espacial horaria de líquido de aproximadamente 0,4 a 5,0 hora⁻¹.

15 La fracción del producto de benceno se describe cuando se retira como fracción de cabeza del fraccionador de benceno, sin embargo, está dentro del alcance de este invento retirar la fracción benceno como una corriente líquida de corte lateral de 1 a 10 platos por debajo del plato superior del tercer fraccionador, preferiblemente a aproximadamente el quinto plato por debajo del plato superior.
20

La presión de trabajo en los fraccionadores es aproximadamente 1 a 5 atmósferas, con temperaturas de trabajo que corresponden a la de la presión y composición del fluido. Se introduce suficiente calor en el rehervidor de cada columna para dar como resultado una relación molar de reflujo/alimentación de aproximadamente 1/1 a 4/1, prefiriéndose aproximadamente 1,4/1 a 2/1, con solamente la alimentación superior al tercer fraccionador considerado en la aplicación de la relación molar reflujo/alimentación establecida.
25
30

1

REALIZACION ILUSTRATIVA

	<u>ESQUEMA I</u>	<u>Relación de reflujo ex- terna</u>	<u>Platos rea- les</u>	<u>Diámetro de la columna (metros)</u>
5	Columna de B + C_9/C_{10} *	1,7	129	3,9
	Columna de BT	1,2	50	4,5
	Columna de O-X	2,8	100	3,5
	<u>ESQUEMA II</u>			
10	Columna de B	1,2	54	3,5
	T	1,0	50	3,7
	O-X	2,4	80	3,0
	C_9/C_{10}	1,5	50	2,6
	<u>ESQUEMA III</u>			
15	B	1,2	54	3,2
	BT	1,2	50	4,5
	O-X	2,8	100	3,5
	C_9/C_{10}	1,5	50	2,6

20 * En el esquema I, estas dos columnas están combinadas en una.

CORRIENTES DE TRANSFERENCIA DE CALOR

	<u>ESQUEMA III</u>	<u>Flujo, Mkg/hora</u>	<u>°C</u>	<u>Transferencia de calor calorías/seg.</u>
25	Rehervidor de B	315	139	2,42
	Condensador de C_9/C_{10}	92	193	2,19
	Rehervidor de BT	196	180	3,23
	Condensador de O-X	131	196	3,09

30

COMPARACION DEL CALOR NETO

		Consumo del calor neto MM calorías/seg.	% del Esquema III
Esquema I	=	4,16	= 133,2
Esquema II	=	3,85	= 123,0
Esquema III	=	3,13	= 100,0

El consumo del calor neto como se emplea en la tabla anterior, significa la cantidad total de energía, expresada en MM calorías/segundos que debe consumirse para producir una cantidad dada de producto.

Puede verse que la práctica del presente invento permite un aumento sustancial en la eficacia del empleo de la energía. El esquema I, que emplea inyección de vapor de C_9 directamente en la columna que produce un producto de benceno, requiere 133,2% del consumo de calor del presente invento. El esquema II, el modo de "desprendimiento" convencional del fraccionamiento requiere 123,0% del consumo de calor neto del presente invento.

En otras realizaciones, cuando, por ejemplo, la producción de ortoxileno no es interesante, el presente invento puede todavía realizarse empleando un fraccionador de xileno sencillo para separar alcoholbenceno de C_8 , de alcoholaromáticos de C_9 y más pesados. En este caso solamente una parte de la fracción de vapor de alcoholaromáticos de C_8 puede necesitarse para el rehervidor de BT.

REIVINDICACIONES

1
5 Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los que se recogen en las reivindicaciones siguientes:

10 1ª.- Un procedimiento combinado de separación de xileno y transalcoholación de tolueno, para producir benceno y ortoxileno que comprende las etapas de: a) transalcoholar una mezcla de tolueno y alcoholbenceno de C_9 en una zona de transalcoholación en condiciones de transalcoholación para producir un efluente de la zona de transalcoholación que comprende benceno, tolueno, alcoholbencenos de C_8 , alcoholbencenos de C_9 y alcoholbencenos de C_{10} ; b) fraccionar al menos una parte de dicho efluente de la zona de transalcoholación en una columna de destilación en la que se recuperan benceno y tolueno como fracción de cabeza y se recuperan materiales más pesados que el tolueno como fracción de fondo; c) fraccionar dicha fracción de benceno y tolueno en una columna de fraccionamiento para producir un producto de benceno y recuperar una corriente rica en tolueno que comprende al menos una parte de la carga a la zona de transalcoholación; d) hacer pasar al menos una parte de dicha fracción de fondo, que comprende material más pesado que el tolueno, en un fraccionador de xileno, y recuperar en cabeza una corriente que comprende ortoxileno y recuperar como fracción de fondo una corriente que comprende alcoholbencenos de C_9 y C_{10} ; e) hacer pasar la fracción de fondo de alcoholbencenos de C_9 y C_{10}

15
20
25
30

1 una zona de fraccionamiento para recuperar en cabeza una corriente que comprende alcoholbencenos de C_9 , al menos una parte de dicha corriente de alcoholbencenos de C_9 se carga a la zona de transalcoholilación; f) rehervir la columna que
5 proporciona el producto de benceno por intercambio de calor indirecto con vapores procedentes de la columna que produce alcoholbencenos de C_9 como fracción de cabeza; y g) rehervir la columna que produce benceno y tolueno como fracción de cabeza por intercambio de calor indirecto con una corriente que comprende vapores de ortoxileno obtenidos como fracción de vapor de cabeza del fraccionador de xileno.

15 2ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª, en el que el fraccionador de xileno es un fraccionador único, en el que se recuperan alcoholbencenos de C_8 , incluyendo ortoxileno como fracción de vapor de cabeza, y se recuperan alcoholbencenos de C_9 y más pesados como fracción de fondo.

20 3ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª, en el que el fraccionador de xileno comprende dos fracciones, un separador de xileno en el que se recuperan meta y para-xileno como fracción de cabeza y el ortoxileno y los alcoholbencenos más pesados recuperados como fracción de fondo se cargan en una columna de ortoxileno en la que se recupera en cabeza ortoxileno como fracción de vapor de cabeza y se recuperan alcoholbencenos de C_9 y más pesados como fracción de fondo.

25 4ª.- El procedimiento de la reivindicación 3ª, en el que la fracción de cabeza de meta y para-xileno se carga en una zona de isomerización y al menos una parte del efluente de la zona de isomerización se carga al separador de xileno.

30 5ª.- El procedimiento de la reivindicación 1ª, en el que el efluente de la zona de transalcoholilación contiene

1 también alcoholbencenos más pesados que los de C_{10} y en el
que el fraccionador en la etapa (e) recupera en cabeza una
corriente que comprende alcoholbencenos de C_9 y C_{10} y recu-
5 pera como fracción de fondo una corriente que comprende al-
coholaromáticos más pesados que los de C_{10} .

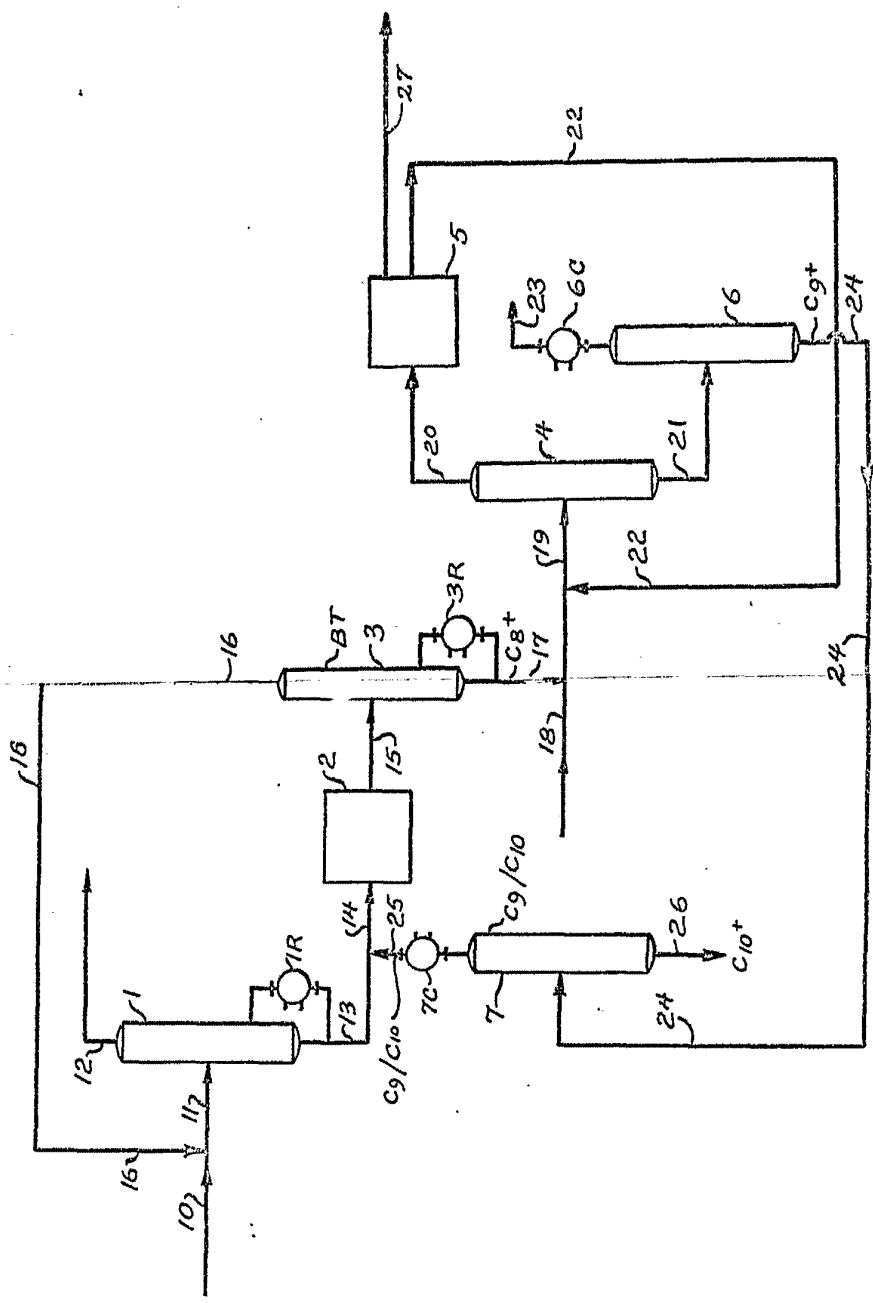
6ª.- Un procedimiento combinado de separación de
xilenos y transalcoholación de tolueno.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que ante-
cede, representado en los dibujos que se acompañan y con
10 los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de VEINTICUATRO hojas escri-
tas a máquina por una sola cara.

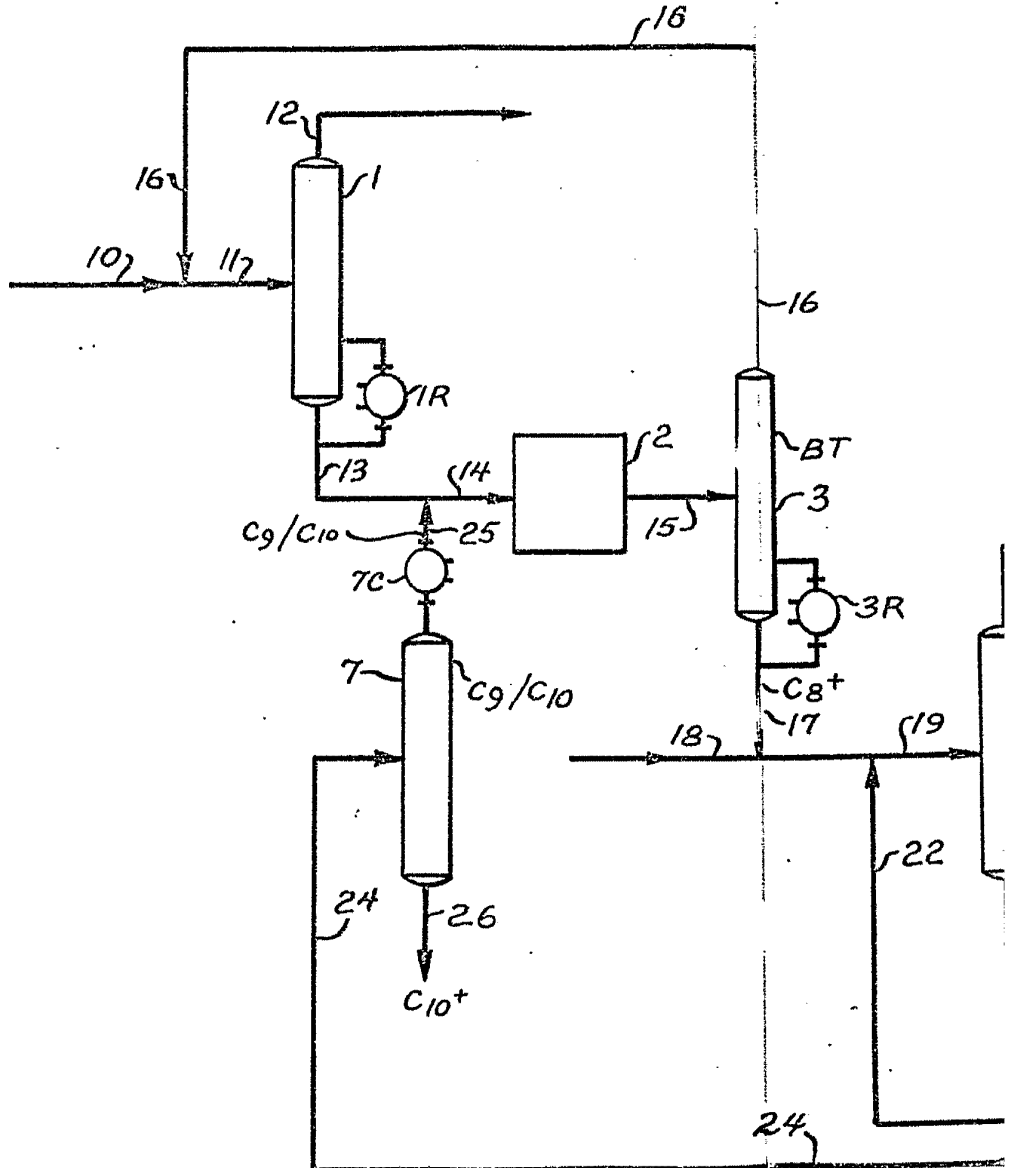
Madrid, 19. FEB 1977

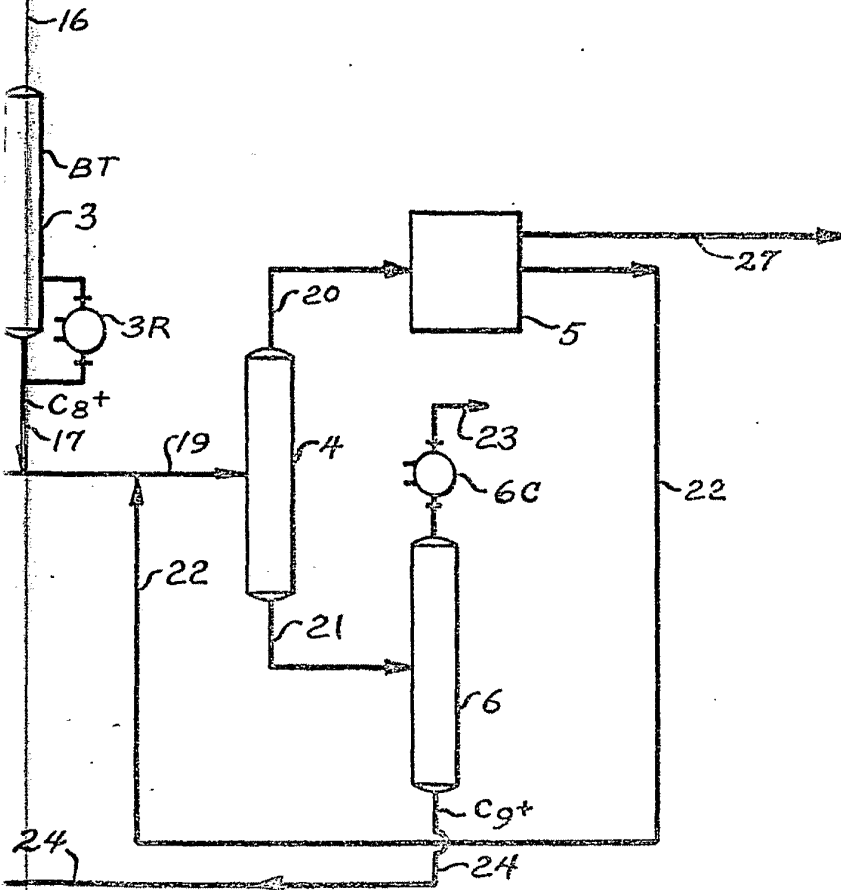
P.A. Oscar de Elzaburu
Por Poder. 



Oscar de Elzabury
 Por Redy

**POOR
 QUALITY**





Oscar de Elzaburu
Por Poder.

**POOR
QUALITY**