

MINISTERIO DE INDUSTRIA
REGISTRO DE LA PROPIEDAD INDUSTRIAL



ESPAÑA

10 ES	11 NÚMERO	403578	10 A1
	21		
	22	FECHA DE PRESENTACION	
		26-OCTUBRE-1977	

CONCEDIDA
PATENTE DE INVENCION

30 PRIORIDADES:	32 FECHA	33 PAIS
31 NUMERO		
P 26 48 638.4	27-10-1976	ALEMANIA

47 FECHA DE PUBLICIDAD	51 CLASIFICACION INTERNACIONAL	62 PATENTE DE LA QUE ES DIVISIONARIA
	C07C	

54 TITULO DE LA INVENCION
" PROCEDIMIENTO PARA AUMENTAR EL RENDIMIENTO DE AROMATICOS Y REDUCIR AL MISMO TIEMPO EL CONTENIDO DE DISOLVENTE EN EL REFINADO "

71 SOLICITANTE (S)
METALLGESELLSCHAFT AKTIENGESELLSCHAFT

DOMICILIO DEL SOLICITANTE
Postfach 3724, 6000 FRANKFURT (MAIN) 1, Alemania Federal.

72 INVENTOR (ES)
Eckart MULLER y Kamar Percy JOHN, ambos de nacionalidad alemana.

73 TITULAR (ES)

74 REPRESENTANTE
DON BERNARDO UNGRIA GOIBURU

CM.-
UNE A - 4 MOD. 2106

Concedido el Registro de acuerdo con los datos que figuran en la presente descripción y según el contenido de la Memoria adjunta.

UTILICESE COMO PRIMERA PAGINA DE LA MEMORIA

20 JUN 1978

1 El invento se refiere a un procedimiento para aumentar el rendimiento de aromáticos y reducir al mismo tiempo el contenido de disolvente en el refinado al obtenerse aromáticos puros en la destilación extractiva.

5 Para mejorar el rendimiento de extracto y conseguir una mayor pureza en el producto final en la destilación extractiva, es conocido conducir un disolvente selectivo para las sustancias que se desean obtener, haciéndolo pasar en forma de corriente o de varias corrientes parciales en sentido opuesto a la mezcla que asciende en forma de vapor en una
10 columna de destilación, de tal modo que la temperatura de la corriente parcial del disolvente cargada en un plato superior se mantenga más baja que la temperatura de la corriente o corrientes parciales cargadas en un plato más bajo, y
15 que el destilado devuelto a la cabeza de la columna se sustituye al menos parcialmente por disolvente frío (solicitud de patente alemana publicada nº 22 60 387).

Es conocido asimismo que la recuperación del disolvente a partir del refinado de una destilación extractiva puede
20 simplificarse y abaratare respecto a las necesidades de calor, si para ello el producto de cabeza de la destilación extractiva se alimenta en forma de vapor a una columna de destilación, a media altura; que como producto de cabeza condensado de esta destilación se obtiene un condensado exento
25 de disolvente, que se devuelve a la columna de destilación como reflujo, y que del colector caldeado de la columna de destilación se extrae disolvente exento de refinado, que es devuelto a la destilación extractiva (solicitud de patente alemana nº 21 39 146).

30 En estos procedimientos conocidos es preciso que de los

1 vapores ascendentes en la columna de destilación extracti-
va sean condensados tal cantidad en el plato de afluencia
del disolvente, que la cantidad de vapores no condensados
se corresponda exactamente con la cantidad de refinado a
5 extraer. Esta condensación se consigue alimentando el di-
solvente a una temperatura más baja que la temperatura que
reina en el plato de afluencia del disolvente. Las inevita-
bles oscilaciones de una instalación técnica originan que
también la cantidad de refinado extraído esté sometida a
10 oscilaciones. Si en el curso de estas oscilaciones, la can-
tidad de refinado extraído resulta menor que la cantidad de
no aromáticos contenidos en el producto empleado, resulta
que el exceso de no aromáticos únicamente pueden abandonar
la columna de destilación extractiva junto con los aromáti-
cos puros. La parte de las impurezas no aromáticas resulta
15 entonces un múltiplo mayor que lo que corresponde a las exi-
gencias usuales, a pesar de que la circulación de disolven-
te, la alimentación de calor y el número de platos bastarían
para satisfacer las exigencias usuales respecto a pureza de,
20 por ejemplo, 500 ppm de no aromáticos en el benceno puro.

Para evitar ésto, hay que dejar en el refinado tantos
aromáticos, que incluso al variar la cantidad de los vapo-
res de cabeza, se extraiga siempre al menos la misma canti-
dad de refinado, que la de no aromáticos contenidos en el
25 producto empleado. Con ello se produce una pérdida indesea-
ble de aromáticos en el refinado. Si se quiere evitar esta
pérdida, y el exceso de vapores de cabeza es devuelto como
reflujo a la cabeza de la columna, se produce otro inconve-
niente: Los platos sobre los que el refinado es liberado del
30 disolvente originan al mismo tiempo una variación de la

1 concentración de los no aromáticos, de distinto punto de
ebullición, de tal modo que los no aromáticos de punto más
alto de ebullición se quedan en el disolvente que es extraí-
do del refinado y que es devuelto nuevamente a la columna de
5 destilación extractiva. Ahora bien, estos no aromáticos de
punto más alto de ebullición son los que resultan más difí-
ciles de separar del aromático puro, de modo que tal reflu-
jo, que mejora el rendimiento, empeora al mismo tiempo la
pureza.

10 Otro inconveniente de los procedimientos conocidos es-
triba en que el disolvente que es separado en una columna
lateral de los vapores de cabeza de la columna de destila-
ción extractiva, debe ser liberado totalmente de hidrocarbu-
ros. Para ello es necesario calentarlo hasta su punto de
15 ebullición, y no es posible aprovechar el calor contenido en
el disolvente caliente procedente de la columna extractora
del disolvente. Ya con un contenido de 15 % de hidrocarburos
puede la temperatura de ebullición del producto del colector
de la columna lateral ser hecha bajar 50°, y en 50 % de hi-
drocarburos asciende el descenso de temperatura incluso a
20 100° C.

Ante la natural sorpresa se ha descubierto además que,
siendo la proporción de disolvente en el producto del co-
lector de la columna lateral igual a 50 %, no son los no
25 aromáticos de punto más alto de ebullición, sino el aromáti-
co el que se enriquece más con relación a la composición del
refinado. De este modo es muy pequeña la recuperación de no
aromáticos difícilmente separables, mientras que, por otra
30 parte, se puede incluso conseguir todavía una pequeña mejo-
ra en el rendimiento del aromático.

1 El invento se ha propuesto evitar los inconvenientes
mencionados, y devolver a la destilación extractiva un exce-
so de vapores de cabeza con relación a la cantidad de refi-
nado prevista, sin provocar con ello un enriquecimiento de
5 los no aromáticos de punto más alto de ebullición hasta por
encima de su concentración en el refinado. Además pretende
el invento aprovechar para la separación del disolvente con-
tenido en el refinado el calor contenido en el disolvente
caliente, que procede de la columna de extracción.

10 Este problema se resuelve de acuerdo con el invento,
por el hecho de practicarse la destilación extractiva de mo-
do que

- 15 a) la mezcla a separar, consistente en aromáticos y no aro-
máticos, se carga aproximadamente sobre el plato 20º de
una columna de destilación extractiva;
- 20 b) el disolvente se carga 5 a 15 platos por debajo de la ca-
beza de la columna y 5 a 15 platos por encima del plato
de afluencia de la mezcla de la columna de destilación
extractiva, previéndose por encima de este punto de carga
una salida lateral para producto líquido, consistente en
no aromáticos, vestigios de aromáticos y vestigios de di-
solvente;
- 25 c) por encima de la salida lateral se carga todo el producto
líquido por la cabeza en una columna lateral con 2 a 5
platos, caldeada con cocedor;
- 30 d) el producto del colector de la columna lateral, consisten-
te en al menos 50 %, con preferencia en 80 a 95 % de di-
solvente, se carga en la columna de destilación extrac-
tiva entre el plato de afluencia de disolvente, y el pla-
to de afluencia de la mezcla;

1 e) el producto de cabeza de la columna lateral se carga en forma de vapor en un plato de por encima de la salida lateral de la columna de destilación extractiva, y

5 f) se extrae de los hidrocarburos obtenidos como cabezas de la destilación extractiva una cantidad de refinado igual a la de no aromáticos contenidos en el producto empleado más 0,1 a 5 % del benceno contenido en el producto empleado, cargándose del resto tal cantidad como reflujo en la columna de destilación extractiva, que de los vapores ascendentes por encima del punto de afluencia del disolvente haya sido expulsado totalmente el disolvente, mientras que el resto que entonces queda todavía se alimenta a la columna de destilación extractiva entre el plato de afluencia del disolvente, y el plato de afluencia de la mezcla;

10

15

g) se extrae de la columna de destilación extractiva producto del colector, consistente en disolvente y aromáticos, que se separan en una columna separada, obteniendo aromáticos y disolvente.

20 Otra mejora ventajosa del invento estriba en que la columna lateral según c) se sustituye por un cocedor dispuesto en la columna de destilación extractiva, que está dispuesto por encima del plato de afluencia del disolvente según b), mientras que al mismo tiempo los vapores ascendentes del plato de afluencia del disolvente se introducen 2 a 5 platos por encima del cocedor en la columna de destilación, haciéndose que el producto líquido que escapa de los platos extremo superiores de la columna de destilación extractiva pase por encima del cocedor, y conduciéndose los vapores producidos según e) a los platos superiores de la columna de destila-

25

30

1 ción extractiva, mientras que el exceso de líquido, consistente en al menos 50 % de disolvente, se carga según d) en la columna de destilación extractiva por debajo del punto de carga del disolvente.

5 Otro perfeccionamiento del invento consiste en que el cocedor de la columna lateral se caldea con disolvente caliente del colector de la columna extractora.

10 Las ventajas conseguidas con el invento consisten especialmente en que, de manera especialmente económica, se consigue aumentar el rendimiento de los aromáticos que se pretende obtener, y al mismo tiempo reducir el contenido de disolvente en el refinado y, por consiguiente, mejorar la pureza de los no aromáticos. Los aromáticos se obtienen con una alta pureza.

15 El invento ha sido representado en los dibujos esquemáticamente y a manera de ejemplo, y será explicado a continuación con más detalle:

20 De acuerdo con la fig. 1, la columna de destilación extractiva 1, que tiene 30 a 60 platos prácticos, es cargada a través de la conducción 2, aproximadamente en el centro del plato de afluencia 4, con la mezcla que va a ser separada, consistente en aromáticos y no aromáticos. Con el cocedor 3 es alimentado calor a la columna 1. Por encima del plato de afluencia 4 están dispuestos 10 a 30 platos. 5 a 15 platos por encima del plato de afluencia 2, y 5 a 15 platos por debajo de la cabeza de la columna, se encuentra el plato 5 de afluencia del disolvente, sobre el que se carga el disolvente a través de la conducción 6. A través de la conducción 7 se carga el reflujo sobre el plato extremo superior. 30 A través de la conducción 8 fluyen vapores de hidrocarburos,

1 exentos de disolvente, pasando desde el plato extremo superior al condensador 9, donde se condensan y escapan el depósito de reflujo 11 a través de la conducción 10. A través de la conducción 13, y mediante una bomba, parte de los vapores
5 licuados es cargada como reflujo, a través de la conducción 7, en la columna de destilación extractiva 1. Otra parte se obtiene como refinado a través de la conducción 14. El exceso es conducido por una conducción 12 a un plato situado entre el plato 4 de afluencia de la mezcla, y el plato 5 de
10 afluencia del disolvente, pertenecientes a la columna de destilación extractiva 1. Por encima del plato 5 de afluencia del disolvente está dispuesta en el plato de la columna, en lugar de la presa normal de rebosadero hacia el plato situado debajo, una taza de desagüe, desde la que es extraído todo
15 el producto líquido por la salida lateral 15. Este producto líquido es introducido por la cabeza en una columna lateral 16, que contiene 2 a 5 platos. La parte inferior de la columna se caldea con el cocedor intercambiador de calor 17. El caldeo tiene lugar con el disolvente caliente que, con una
20 temperatura de aproximadamente 170 a 180° C, se obtiene en el separador 18 de aromáticos/disolvente. Es conducido a través de la conducción 19 al colector intercambiador de calor 17 y a través de la conducción 20 y del refrigerador 21 a la conducción 6 de la columna de destilación extractiva 1. Los
25 vapores ascendentes en la columna lateral 16 son conducidos por la conducción 22 a la columna de destilación extractiva 1, cargándose en ella por encima del plato 5 de afluencia del disolvente. El producto de colector de la columna lateral
30 16, consistente en al menos 50% de disolvente, es transportado por la conducción 23 a la columna de destilación extractiva 1, introduciéndose en ella entre el plato de afluencia 4

1 y el punto de alimentación 5 del disolvente.

5 Una mezcla de disolvente y aromáticos puros abandona la columna de destilación extractiva 1 por el colector, y pasa por la conducción 25 a la columna 18 extractora del disolvente. Se obtienen allí los hidrocarburos aromáticos puros en calidad de producto de cabezas, y abandonan la instalación a través de la conducción 24. El disolvente libre de disolvente, abandona la columna 18 extractora del disolvente a través de la conducción 19, y pasando por el intercambiador de calor 17, la conducción 20, el refrigerador 21 y la conducción 6, vuelve a la columna de destilación extractiva 1.

15 En la fig. 2 se ha modificado la disposición de aparatos de la fig. 1, en cuanto que la columna lateral 16 ha sido integrada en la columna principal 1. El cocedor 17 está dispuesto como cocedor de enchufe por encima del plato 5 de afluencia del disolvente. Entre el plato 5 de afluencia del disolvente y el cocedor 17 se encuentra un plato 26, que no tiene paso. El producto líquido de este plato fluye desde una taza de salida, a través de la conducción 23, a un plato situado entre el plato 5 de afluencia de disolvente y el plato 4 de afluencia de la mezcla de la carga. El vapor ascendente del plato 5 de afluencia del disolvente fluye a través de la conducción 28 de vapores a la columna 1 por encima del plato 27. El plato 27 se encuentra 2 a 5 platos por encima del cocedor, 17. Por encima del plato 27 se encuentran todavía 5 hasta 15 platos para llegar a la cabeza de la columna.

Ejemplo de realización

30 En una columna de destilación con 50 platos prácticos,

1 hecha funcionar bajo una presión de 1 atmósfera atmosférica
en la cabeza, se vierten sobre el plato vigésimo 1300 kg/h
de una mezcla a base de 77,3 % en peso de benceno y 22,7 %
5 en peso de hidrocarburos no aromáticos en el punto de ebullición del benceno, con una temperatura de 60° C. En el plato trigésimo quinto se alimentan 4000 kg/h de N-metilpirrolidona, llamada a continuación NMP, con una temperatura de 85° C, en calidad de disolvente selectivo. En el cocedor se caldea con 500 kg/h de vapor de 10 atmósferas manométricas. La cabeza de la columna la abandonan 650 kg/h
10 de vapores de hidrocarburos preponderantemente no aromáticos, con 1,7 % en peso de benceno. Se condensan y recogen en un depósito de reflujo. De este depósito se bombean con una bomba 300 kg/h al plato extremo superior de la columna de destilación. Otros 300 kg/h abandonan la instalación en
15 calidad de refinado, y 50 kg/h son conducidos al plato trigésimo de la columna de destilación.

Desde el plato trigésimo quinto, ascienden 360 kg de vapores al plato trigésimo sexto, vapores que contienen todavía
20 7 kg de NMP. Desde el plato trigésimo sexto fluye de una taza de salida todo el producto líquido, en una cantidad de 310 kg/h, al plato extremo superior de una columna lateral con tres platos prácticos. El cocedor de esta columna lateral se caldea con disolvente caliente, que procede de la columna de extracción con 175° C, y que abandona el cocedor
25 con 155°. En el colector de la columna lateral reina una temperatura de 135°. Por la cabeza salen de la columna lateral 300 kg/hora de vapores, que pasan al plato trigésimo sexto de la columna principal. Del colector de la columna lateral se extraen 10 kg/h de mezcla líquida, que contiene 70 % de
30

1 NMP, y que se conducen al plato vigésimo quinto de la co-
lumna principal. Del colector de la columna principal se
5 extraen 5000 kg/h de una mezcla a base de 80 % en peso de
NMP y 20 % en peso de benceno, con una temperatura de 145°,
que son alimentados al plato décimo de la columna de extrac-
ción.

La columna de extracción tiene 30 platos prácticos, y
es hecha funcionar con una presión en la cabeza de 0,3 atmós-
feras atmosféricas. En la cabeza de la columna, y en una re-
10 lación de reflujo de 0,5 : 1, se obtienen 1000 kg/h de ben-
ceno puro. Este benceno contiene 50 a 500 ppm de no aromá-
ticos, preponderantemente metilciclohexano, según la compo-
sición de los no aromáticos. 4000 kg de NMP abandonan la co-
lumna de extracción por el colector y con una temperatura
15 de 175°, ceden parte de este calor al cocedor de la columna
lateral, con lo que se enfrían hasta 155°, se enfrían en un
post-refrigerador hasta 85°, y vuelven entonces a la colum-
na principal.

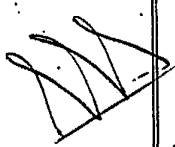
En resumen, la Patente de Invención, que se solicita de-
20 berá recaer sobre las siguientes:

- REIVINDICACIONES -

1. Procedimiento para aumentar el rendimiento de aro-
máticos y reducir al mismo tiempo el contenido de disolven-
te en el refinado al obtenerse aromáticos puros en la desti-
25 lación extractiva, caracterizado porque

- a) la mezcla, consistente en aromáticos y no aromáticos se
carga aproximadamente sobre el plato vigésimo de una co-
lumna de destilación extractiva;
- b) el disolvente se carga 5 a 15 platos por debajo de la ca-
30 beza de la columna y 5 a 15 platos por encima del plato

- 1 de afluencia de la mezcla en la columna de destilación
extractiva, previéndose por encima de este punto de carga
una salida lateral para producto líquido, consistente en
5 no aromáticos, vestigios de aromáticos y vestigios de
disolvente;
- c) por encima de la salida lateral se carga todo el producto
líquido por la cabeza de una columna lateral con 2 a 5
platos, caldeada con cocedor;
- 10 d) el producto del colector de la columna lateral, consis-
tente en al menos 50%, con preferencia en 80 a 95% de di-
solvente, se carga en la columna de destilación extracti-
va entre el plato de afluencia del disolvente, y el pla-
to de afluencia de la mezcla;
- 15 e) el producto de la cabeza de la columna lateral se carga
en forma de vapor en un plato de por encima de la salida
lateral de la columna de destilación extractiva, y
- 20 f) se extrae de los hidrocarburos obtenidos en la cabeza de
la destilación extractiva una cantidad de refinado igual
a la de no aromáticos contenidos en el producto empleado,
más 0,1 a 5 % del benceno contenido en el producto em-
pleado, cargándose del resto tal cantidad como reflujo en
la columna de destilación extractiva, que de los vapores
ascendentes por encima del punto de afluencia del disol-
vente haya sido expulsado totalmente el disolvente, mien-
25 tras que el resto que entonces queda todavía se alimenta
a la columna de destilación extractiva entre el plato de
afluencia del disolvente, y el plato de afluencia de la
mezcla;
- 30 g) se extrae de la columna de destilación extractiva produc-
to del colector, consistente en disolvente y aromáticos,

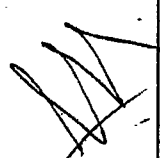


1 que se separan en una columna separada, obteniendo aromá-
ticos y disolvente.

2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1,
caracterizado porque la columna lateral según c) se sustitu-
5 ye por un cocedor dispuesto en la columna de destilación ex-
tractivo, que está dispuesto por encima del plato de afluen-
cia del disolvente según b), mientras que al mismo tiempo
los vapores ascendentes del plato de afluencia del disolven-
te se introducen 2 a 5 platos por encima del cocedor en la
10 columna de destilación, haciéndose que el producto líquido
que escapa de los platos extremos superiores de la columna
de destilación extractiva pase por encima del cocedor, y
conduciéndose los vapores producidos según e) a los platos
superiores de la columna de destilación extractiva, mien-
15 tras que el exceso de líquido, consistente en al menos 50 %
de disolvente, se carga según d) en la columna de destila-
ción extractiva por debajo del punto de carga del disolven-
te.

3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones
20 1 y 2, caracterizado porque el cocedor de la columna late-
ral se caldea con disolvente caliente procedente del colec-
tor de la columna extractora.

4.- Se reivindica por último como objeto sobre el que
ha de recaer la Patente de Invención que se solicita: "PRO-
25 CEDIMIENTO PARA AUMENTAR EL RENDIMIENTO DE AROMATICOS Y RE-
DUCIR AL MISMO TIEMPO EL CONTENIDO DE DISOLVENTE EN EL RE-
FINADO ".



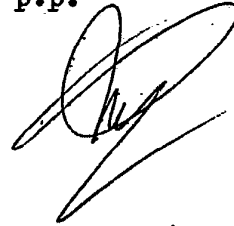
1

Todo conforme queda descrito y reivindicado en la
presenta Memoria Descriptiva que consta de catorce páginas
mecanografiadas y dibujos que se acompañan.

Madrid, 26 de Octubre 1977

5

BERNARDO UNGRIA
P.P.



10

15

20

25



30

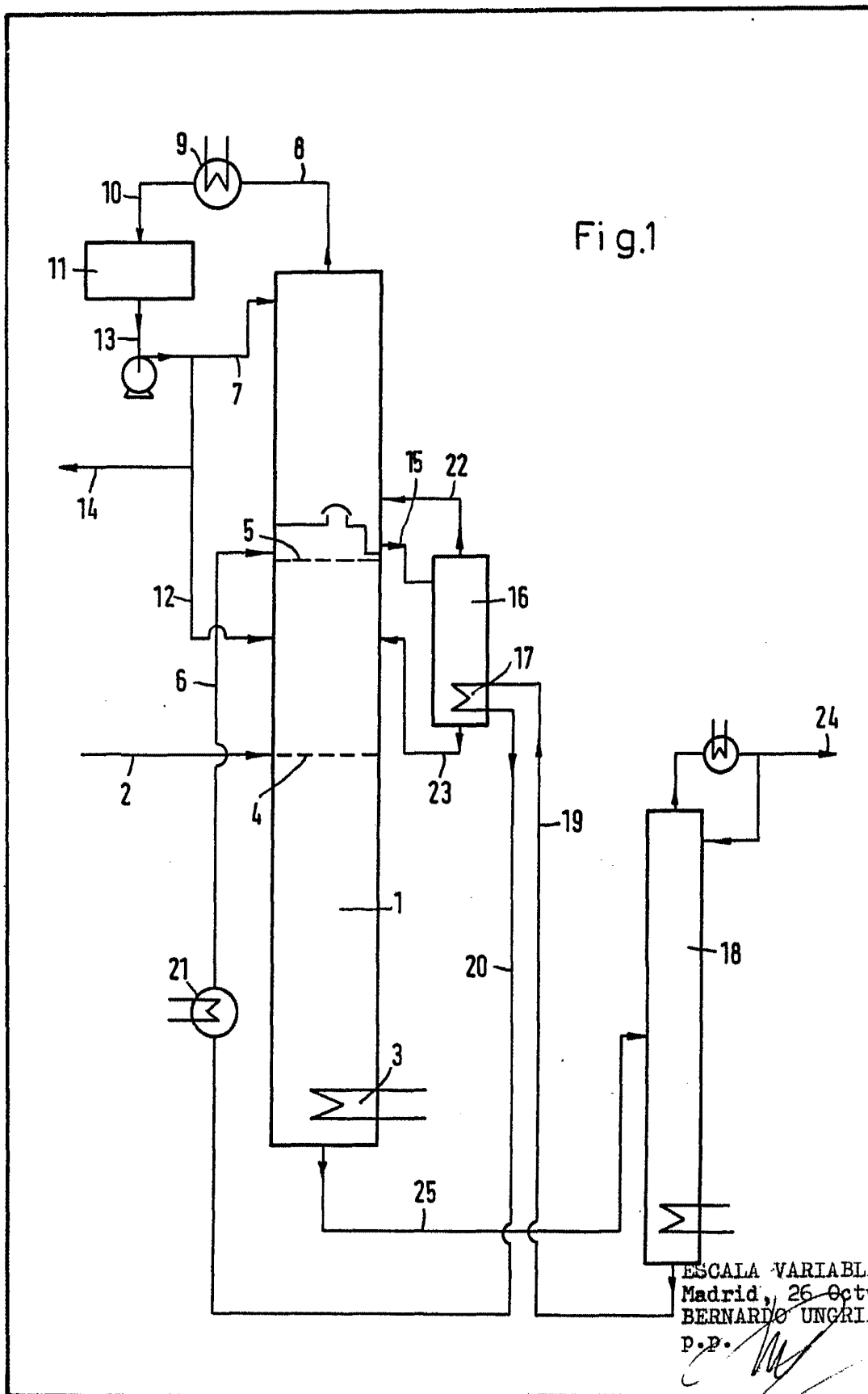


Fig.1

ESCALA VARIABLE
Madrid, 26 Octubre 1977
BERNARDO UNGRIA
P.P.

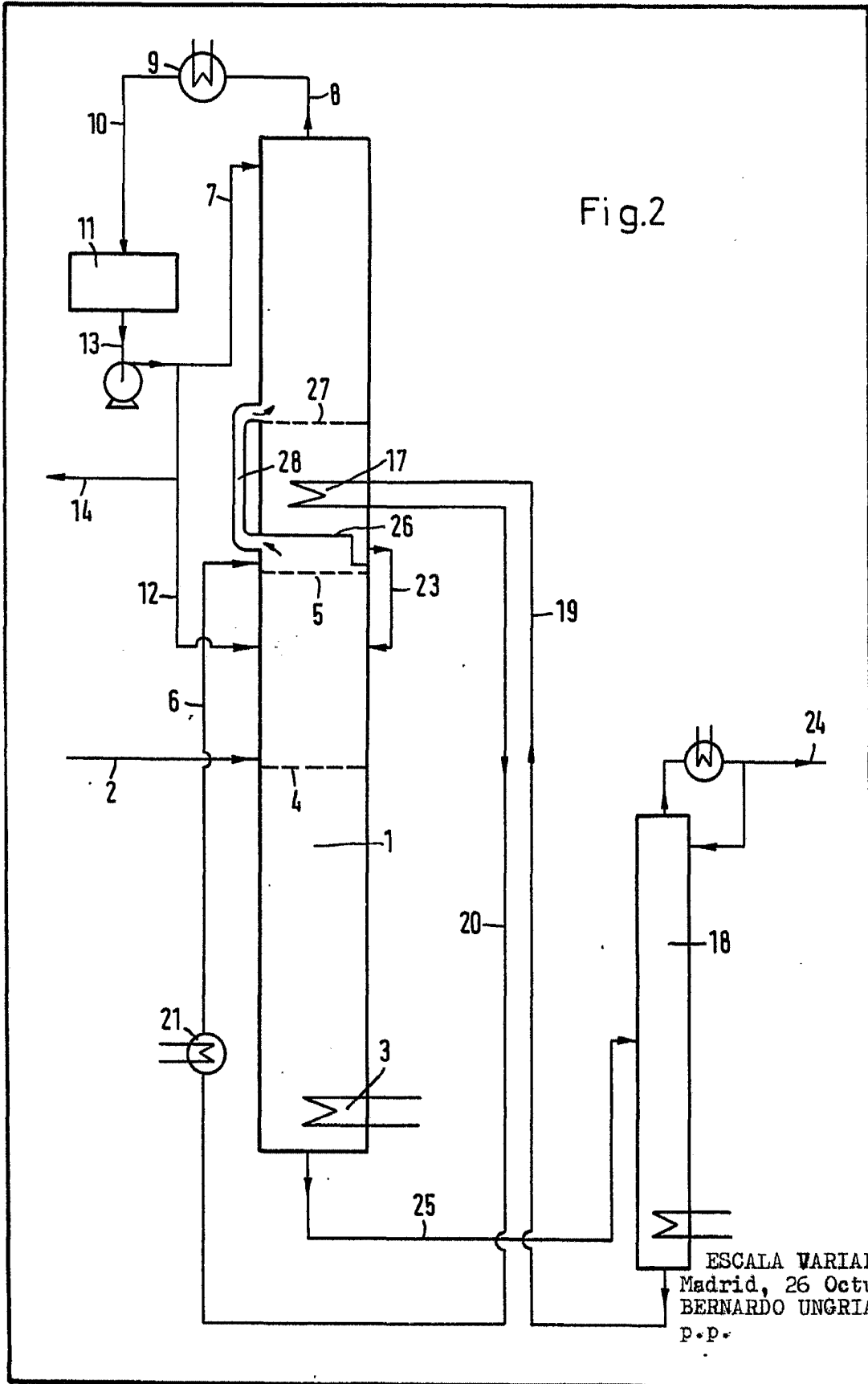


Fig.2

ESCALA VARIABLE
Madrid, 26 Octubre 1977
BERNARDO UNGRIA
p.p.