

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 669 972**

51 Int. Cl.:

**C07C 7/00** (2006.01)

**B01D 17/04** (2006.01)

**B01D 17/00** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **01.12.2014 PCT/EP2014/076072**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.06.2015 WO15082388**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **01.12.2014 E 14809324 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.02.2018 EP 3077073**

54 Título: **Separación de líquidos iónicos en dispositivos coalescentes**

30 Prioridad:

**02.12.2013 EP 13195321**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**29.05.2018**

73 Titular/es:

**BASF SE (100.0%)  
Carl-Bosch-Strasse 38  
67056 Ludwigshafen, DE**

72 Inventor/es:

**PFEIFFER, DANIEL;  
BITTERLICH, STEFAN y  
HÜBNER, MICHAEL**

74 Agente/Representante:

**CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel**

ES 2 669 972 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

**DESCRIPCIÓN**

Separación de líquidos iónicos en dispositivos coalescentes

La presente invención se refiere a un procedimiento según la reivindicación 1. El dispositivo coalescente (DC) es un filtro coalescente, opcionalmente también pueden conectarse dos o más dispositivos coalescentes (DC) en serie o preferiblemente en paralelo.

Los líquidos iónicos son adecuados, entre otras cosas, como catalizadores para la isomerización de hidrocarburos. Un uso correspondiente de un líquido iónico se divulga, por ejemplo, en la publicación WO 2011/069929, donde se emplea una selección especial de líquidos iónicos en presencia de una olefina para la isomerización de los hidrocarburos saturados, principalmente para la isomerización de metilciclopentano (MCP) en ciclohexano.

En términos generales, por una parte, los líquidos iónicos y por otra parte los hidrocarburos (o fases orgánicas en general) son inmiscibles o miscibles sólo muy difícilmente; se forman dos fases separadas. Para poder aprovechar el efecto catalizador mencionado, tiene que producirse un contacto intenso entre la fase orgánica y el líquido iónico. Para esto, las dos fases se entremezclan con frecuencia en tanques con agitación, agitando intensamente y con la obtención de dispersiones. Dependiendo de parámetros tales como el tipo del líquido iónico o de la fase orgánica o la proporción de fases, la dispersión puede presentarse como dispersión de un líquido iónico en la fase orgánica o puede tratarse de una dispersión de la fase orgánica en el líquido iónico. Independientemente de la dirección de la dispersión presente de manera concreta, en tales dispersiones un problema general después de la reacción es separar la fase dispersada de la fase relacionada. Lo problemático aquí es principalmente la situación en la que las gotas más finas ( $d < 900 \mu\text{m}$ ) del líquido iónico deben separarse de una dispersión en la cual el líquido iónico está dispersado en la fase orgánica (problema de gotas muy finas).

Para la separación de mezclas bifásicas o polifásicas, principalmente de dispersiones, el uso de filtros coalescentes es conocido desde hace mucho tiempo. Por ejemplo, en la publicación WO 2012/104769 se divulga un procedimiento para la reducción del contenido de agua en gasolina de pirólisis usando un filtro coalescente el cual se fabrica de metal y/o de fibras de vidrio. Sin embargo, un filtro coalescente puede usarse no solamente para la separación de agua de mezclas (dispersiones) con una fase orgánica (gasolina de pirólisis), sino también para la separación de líquidos iónicos de dispersiones con una fase orgánica.

La publicación WO 2010/062922 divulga un procedimiento de varias etapas para la separación de un líquido iónico de hidrocarburos usando un filtro coalescente. El material de filtro coalescente tiene que estar hecho de manera que tenga una afinidad más fuerte hacia el líquido iónico que hacia los hidrocarburos. Como materiales de filtro coalescente, según la publicación WO 2010/062922 son adecuados esferas de vidrio, acero inoxidable, fibras de vidrio, fibras poliméricas o membranas orgánicas, principalmente fibras de vidrio. En el filtro coalescente se produce una separación del líquido iónico de los hidrocarburos.

La solicitud internacional PCT/EP 2013/064459 (presentada el 9 de julio de 2013) se refiere a un procedimiento para la separación de una fase (A), que contiene al menos un líquido iónico, de una fase (B) en un filtro coalescente que se prepara de una resina acrílica-fenólicas. La fase (A) presenta en este caso una viscosidad más alta que la fase (B), que contiene, por ejemplo, un hidrocarburo tal como ciclohexano. En el procedimiento, al filtro coalescente correspondiente, como componente de una corriente (S1) se introduce una dispersión (D1), en la cual la fase (A) se dispersa en la fase (B). Un procedimiento análogo se divulga en la solicitud internacional PCT/EP 2013/064432 (presentada el 9 de julio de 2013). En este procedimiento, la separación de la fase (A) de la fase (B) se efectúa usando una unidad de separación de fases que contiene un tejido, en lugar del uso de un filtro coalescente que se fabrica a partir de resina acrílica-fenólica (según la publicación PCT/EP 2013/064459).

En la publicación US 2010/130800 se divulga un procedimiento para la separación de líquidos iónicos de hidrocarburos, en el cual una mezcla de hidrocarburos y de líquido iónico se transfiere a un dispositivo coalescente, en cuyo caso el líquido iónico se dispersa en el hidrocarburo en forma de gotas pequeñas. Al menos una parte de las gotas de líquido iónico se une en el dispositivo coalescente para formar gotas más grandes y las gotas unidas del líquido iónico se separan del hidrocarburo. La publicación DE2005029423 A1 divulga la utilización de un filtro coalescente hecho de resina acrílica-fenólicas. Sin embargo, en ninguna parte del estado de la técnica se describe con qué velocidad de flujo impacta la dispersión, en la cual, por ejemplo, se dispersa un líquido iónico (fase (A)) en un hidrocarburo, al dispositivo coalescente, por ejemplo, un filtro coalescente o un tejido.

El objetivo fundamental de la presente invención consiste en proporcionar un nuevo procedimiento para la separación de un líquido iónico de una fase orgánica, en cuyo caso el líquido iónico se dispersa en la fase orgánica.

El objetivo se logra mediante un procedimiento para la separación de una fase (A) que contiene al menos un líquido iónico, de una fase (B), en cuyo caso la fase (A) presenta una viscosidad más alta que la fase (B), el cual comprende las siguientes etapas:

a) proporcionar una corriente (S1) que contiene una dispersión (D1) en la cual la fase (A) dispersa en la fase (B),

5 b) introducir la corriente (S1) a un dispositivo coalescente (DC), en cuyo caso la velocidad de flujo de entrada de la corriente (S1) es de 0,05 a 150 kg/(cm<sup>2</sup> \* h) respecto del área de sección transversal media del dispositivo coalescente (DC), y la densidad de empaquetamiento del dispositivo coalescente (DC) es de 50 a 500 kg/m<sup>3</sup>, y el dispositivo coalescente (DC) es un filtro coalescente y el material de filtro del filtro coalescente contiene al menos 50% en peso de resina acrílica-fenólica,

c) separar la fase dispersada (A) de la fase (B) en el dispositivo coalescente (DC),

d) descargar una corriente (S2) que comprende al menos 70% en peso, preferiblemente al menos 90% en peso de fase (A) del dispositivo coalescente (DC)

10 y

e) descargar una corriente (S3) que comprende al menos 70% en peso, preferiblemente al menos 90% en peso de fase (B) del dispositivo coalescente (DC).

15 Mediante el procedimiento de la invención puede lograrse de manera ventajosa una separación efectiva de líquidos iónicos de dispersiones con fases orgánicas, principalmente de dispersiones con hidrocarburos. Según la invención, puede resolverse el problema de la separación de un líquido iónico presente en forma de una dispersión fina y/o en pequeñas cantidades en una dispersión con una fase orgánica, principalmente (problema de gotas muy finas).

20 Mediante el procedimiento de la invención, pueden separarse incluso cantidades más pequeñas (< 1% en peso) de líquido iónico de una dispersión con una fase orgánica, principalmente con una fase de hidrocarburo; esto aplica principalmente incluso para el caso en que se presenta una dirección de dispersión del líquido iónico en la fase orgánica. Controlando de manera dirigida la dirección de dispersión de la fase (A, líquido iónico) en la fase (B, fase orgánica) puede lograrse una gran (rápida) velocidad de separación con la consecuencia de que el tamaño de los separadores de fase usados en el procedimiento puede reducirse significativamente en comparación con el caso de la dirección de dispersión inversa es decir de la fase (B, fase orgánica) en la fase (A, líquido iónico).

25 Luego, el procedimiento de la invención puede realizarse independientemente de cuál dirección de dispersión se presenta en las etapas precedentes del procedimiento. Si, por ejemplo, en una etapa de isomerización precedente se presenta una dirección de dispersión con la fase (B) en la fase (A) porque, por ejemplo, en la isomerización se emplea un exceso significativo del líquido iónico, en una forma preferida de realización de la presente invención puede realizarse sin problemas una inversión de la dirección de dispersión. La inversión de la dirección de dispersión se lleva a cabo según la invención recirculando una corriente que contiene un exceso de fase orgánica antes del dispositivo coalescente (DC) y principalmente también antes de un separador de fases adicional conectado antes del dispositivo coalescente (DC).

30 Debido al establecimiento de la velocidad de flujo de ingreso de la corriente (S1), en la cual está contenida la dispersión (D1), a valores de 0,05 a 150 kg/(cm<sup>2</sup>\*h) al introducirse al dispositivo coalescente (DC), donde los valores antes mencionados de la velocidad de flujo de ingreso de la corriente (S1) se basan en el área media de corte transversal del dispositivo coalescente (DC), el problema de gotas súper-finas previamente descrito puede absolverse de manera particularmente eficiente mediante el procedimiento según la invención. Como dispositivo coalescente (DC) según la invención se emplean filtros coalescentes, en cuyo caso el material de filtro de los filtros coalescentes contiene al menos 50% en peso de resina acrílica-fenólica. La densidad de empaquetamiento del dispositivo coalescente (DC) es, según la invención, de 50 a 500 kg/m<sup>3</sup>.

40 Por un dispositivo coalescente (DC) en el contexto de la presente invención se entiende cualquier dispositivo en el cual pueda realizarse una separación, basada en coalescencia, de dos fases. El dispositivo coalescente (DC) puede ser a su vez, el mismo, un componente de un dispositivo/aparato más grande. Por ejemplo, un aparato en el cual se encuentra contenido al menos un dispositivo coalescente (DC), así como otros dispositivos, en cuyo caso estos otros dispositivos también pueden ser adecuados para separar líquidos, pero se basan en otro mecanismo de separación distinto de la coalescencia. Éstos pueden ser, por ejemplo, filtros convencionales o prefiltros.

45 El mecanismo físico de cada separación basada en coalescencia se describe, por ejemplo, en el artículo de T. Wines et al, (Chemical Engineering; diciembre 1997; páginas 104 a 109) en conexión con filtros coalescentes. Sin embargo, este mecanismo de separación no se limita al uso de filtros coalescentes, sino que se aplica de la misma manera para el uso de tejidos de punto o de otros materiales. En una separación a base de coalescencia, inicialmente hay una adhesión de las gotas dispersadas, contenidas en la fase continua, a la superficie del dispositivo coalescente (DC), es decir el material coalescente como tal, y el dispositivo coalescente (DC) según la invención es un filtro coalescente y el material de filtro contiene al menos 50% en peso de resina acrílica-fenólica. Las gotas capturadas por medio del dispositivo coalescente se fusionan en forma de crecimiento de gotas sobre esta superficie. A continuación, se efectúa una precipitación o una sedimentación de las gotas que han crecido por el procedimiento de coalescencia, por lo cual se logra la separación de fases.

- El efecto logrado controlando la velocidad de flujo de ingreso de la dispersión (D1) puede seguir mejorando puesto que los dispositivos coalescentes (DC) presentan según la invención una densidad especial de empaquetamiento en el intervalo de 50 a 500 kg/m<sup>3</sup>. Igualmente, puede observarse un mejoramiento adicional cuando el procedimiento de la invención se lleva a cabo no solamente con un dispositivo coalescente (DC), sino, en lugar de eso, dos o todavía más dispositivos coalescentes (DC), por ejemplo, en una conexión en paralelo o en serie con dispositivos coalescentes correspondientes.
- 5 Empleado según la invención un filtro coalescente como dispositivos coalescentes (DC), puede lograrse otro mejoramiento del procedimiento cuando la pérdida de presión sobre el filtro coalescente se encuentra en el intervalo de 0,001 a 1 bar y/o se emplea un filtro de sólidos sin adhesión.
- 10 Los filtros coalescentes que se emplean según la invención en calidad de dispositivo coalescente (DC), cuyo material de filtro contiene al menos 50% en peso de resina acrílica-fenólica, son (en las condiciones marco relevantes para el presente procedimiento) más estables en comparación con otros filtros coalescentes (por ejemplo, sulfuro de polifenileno) y/o mantienen su desempeño (de separación) (acción coalescente) durante un tiempo más largo.
- 15 A continuación, el procedimiento según la invención para la separación de líquidos iónicos en dispositivos coalescentes se define con mayor detalle.
- La fase (A) contiene al menos un líquido iónico. Por ejemplo, en la fase (A) pueden estar contenidas mezclas de dos o más líquidos iónicos, de preferencia la fase (A) contiene un líquido iónico. Además del líquido iónico, en la fase (A) pueden estar contenidos otros componentes que son miscibles con el líquido iónico. Tales componentes pueden ser, por ejemplo, cocatalizadores que se emplean en reacciones de isomerización usando líquidos iónicos. Un ejemplo preferido de tales cocatalizadores son haluros de hidrógeno, principalmente cloruro de hidrógeno. Además, en la fase (A) también pueden estar contenidos componentes o productos de degradación de los líquidos iónicos que se generan, por ejemplo, durante la reacción catalizada por el líquido iónico, tal como cloruro de aluminio. En la fase (A) la fracción de líquido iónico es preferiblemente de más de 80% en peso (respecto de la suma de todos los componentes de la fase (A)).
- 20 Como líquidos iónicos en el contexto de la presente invención son adecuados teóricamente todos los líquidos iónicos conocidos por el experto en la materia, siempre que éstos catalisis en la reacción que va a realizarse, por ejemplo, la isomerización. De la publicación WO 2011/069929, por ejemplo, puede tomarse una sinopsis sobre los líquidos iónicos adecuados para la catálisis de las reacciones de isomerización. En el contexto de la presente invención se prefiere un líquido iónico ácido. El líquido iónico ácido contenido en la fase (A) es preferiblemente un líquido iónico ácido que tiene la composición  $K1Al_nX_{(3n+1)}$ , donde K1 es un catión monovalente, X es un halógeno y  $1 < n < 2,5$ . K1 es preferiblemente un ion amonio no sustituido o alquilado al menos parcialmente, o un catión heterocíclico (monovalente), en particular un ion piridinio, un ion imidazolio, un-piridazinio, un ion pirazolio, un ion imidazolio, un ion tiazolio, un ion triazolio, un ion pirrolidonio, un ion imidazolidinio o un ion fosfonio. X es preferiblemente cloro, bromo.
- 25 Más preferiblemente, el líquido iónico ácido contiene, en calidad de catión, un ion de amonio al menos parcialmente alquilado o un catión heterocíclico y/o, en calidad de anión, un ion de cloro-aluminato que tiene la composición  $Al_nCl_{(3n+1)}$  con  $1 < n < 2,5$ . De preferencia, el ion amonio al menos parcialmente alquilado contiene uno, dos o tres residuos alquilo, cada uno con 1 a 10 átomos de carbono. Siempre que se encuentren presentes dos o tres sustituyentes de alquilo con los iones correspondientes de amonio, la longitud respectiva de la cadena puede seleccionarse de manera independiente unos de otros; de preferencia, todos los sustituyentes de alquilo presentan la misma longitud de cadena. Particularmente se prefieren iones de amonio trialquilados con una longitud de cadena de 1 a 3 átomos de carbono. El catión heterocíclico es preferiblemente un ion de imidazolio o un ion de piridinio.
- 30 En calidad de catión, el líquido iónico ácido contiene de modo particularmente preferido un ion amonio al menos parcialmente alquilado y en calidad de anión contiene un ion de cloro-aluminato que tiene la composición  $Al_nCl_{(3n+1)}$  con  $1 < n < 2,5$ . Ejemplos de tales líquidos iónicos particularmente preferidos son cloro-aluminato de trimetil amonio y cloro-aluminato de trimetilamonio.
- 35 En el contexto de la presente invención, la fase (A) presenta una viscosidad más alta que la fase (B). Preferiblemente, la fase (A) presenta una viscosidad más alta, en al menos 0,1 mPas, principalmente en al menos 20 mPas, que la fase (B).
- 40 En el contexto de la presente invención, la fase (B) se caracteriza porque presenta una viscosidad más baja frente a la fase (A). Por ejemplo, la fase (B) es una fase orgánica. De preferencia, la fase (B) contiene al menos un hidrocarburo. En calidad de hidrocarburo, la fase (B) contiene de modo más preferible ciclohexano o una mezcla de ciclohexano con al menos otro hidrocarburo seleccionado de metilciclopentano (MCP), n-hexano, iso-hexano, n-heptano, iso-heptano o dimetilciclopentano. De manera particularmente preferida, la fase (B) contiene una mezcla de ciclohexano, MCP y al menos otro hidrocarburo.
- 45 El contexto de la presente invención, en la etapa a) se proporciona una corriente (S1) que contiene una dispersión (D1) en la cual se dispersa la fase (A) en la fase (B). La dirección de la dispersión (es decir, la información de cuál

fase se encuentra presente en forma dispersa en la otra fase respectiva) puede determinarse investigando una muestra, opcionalmente después de adicionar un colorante que tinte selectivamente una fase, bajo un microscopio con luz transmitida.

5 La dispersión (D1) puede prepararse según métodos conocidos por el experto en la materia, por ejemplo, una dispersión tal puede generarse agitando de modo intenso los componentes contenidos en las fases respectivas. Una operación así puede tener lugar, por ejemplo, en el contexto de un procedimiento de isomerización de hidrocarburo usando un líquido iónico. La dispersión (D1) (tal como se expone más detalladamente a continuación) se saca preferiblemente como una fase superior del dispositivo de separación de fases que está conectado a continuación, de manera particularmente preferible, de un dispositivo en el cual se realiza una reacción catalizada por el líquido iónico y en el cual se ponen en contacto el líquido iónico y la fase orgánica mientras se agitan. En la dispersión (D1), las fases (A) y (B) pueden encontrarse presentes en cualquier proporción entre sí, con la condición de que la fase (A) se disperse en la fase (B). De preferencia, la fase (A) está contenida en la corriente (S1) en la dispersión (D1) en máximo 10% en peso, principalmente en máximo 5% en peso (en cada caso respecto de la cantidad de la fase (B)).

15 Según la etapa b) según la invención, la introducción de la corriente (S1) se efectúa a un dispositivo coalescente (DC), en cuyo caso la velocidad de flujo de ingreso de la corriente (S1) es de 0,05 a 150 kg/(cm<sup>2</sup> \* h) respecto del área media de corte transversal del dispositivo coalescente (DC) y la densidad de empaquetamiento del dispositivo coalescentes (DC) es de 50 a 500 kg/m<sup>3</sup>. El dispositivo coalescente (DC) es un filtro coalescente y el material de filtro del filtro coalescente contiene al menos 50% en peso de resina acrílica-fenólica.

20 Los dispositivos coalescentes (DC) son conocidos como tales por el experto en la materia. En el contexto de la presente invención pueden emplearse teóricamente todos los dispositivos coalescentes (DC) que son adecuados para separar de una dispersión (D1), en la cual la fase (A) se dispersa en la fase (B), la fase (A) de la fase (B), con la condición de que la densidad de empaquetamiento del dispositivo coalescente (DC) sea de 50 a 500 kg/m<sup>3</sup>, el dispositivo coalescente (DC) sea un filtro coalescente y el material de filtro del filtro coalescente contenga al menos 50% en peso de resina acrílica-fenólica. De preferencia, la separación se efectúa completamente o al menos en gran parte; es decir que al menos 70% en peso, preferiblemente 90% en peso, principalmente al menos 99% en peso, de la fase (A) contenida en la dispersión (D1) se separan según la invención usando el dispositivo coalescente (DC).

Además, también pueden emplearse dos o más dispositivos coalescentes (DC) en el procedimiento según la invención.

30 Los filtros coalescentes pueden fabricarse según la invención a partir de todos los materiales de filtro conocidos por el experto en la materia, que sean adecuados para la realización de una separación a base de coalescencia, en cuyo caso el material de filtro del filtro coalescente contiene según la invención al menos 50% en peso de resina acrílica-fenólica. Tales filtros coalescentes se configuran frecuentemente como velas (llamadas de las coalescentes) y pueden integrarse opcionalmente a una unidad más grande, por ejemplo, en un recipiente de filtro.

35 En el contexto de la presente invención, los filtros coalescentes empleados son aquellos preparados de resina acrílica-fenólica.

40 Tales filtros coalescentes son conocidos por el experto en la materia; por ejemplo, se encuentran disponibles comercialmente en la compañía Fuhr GmbH (Alemania) o por parte del fabricante CUNO Fluid Purification. Tales filtros coalescentes adecuados tienen finura as de 1-150 µm, preferiblemente 10, 25 o 50 µm, de modo particularmente preferible 10 µm. Además, son posibles dos versiones respecto de la superficie: acanalados y no acanalados, preferiblemente no acanalados. Las velas de los filtros coalescentes como tales tienen, por ejemplo, un diámetro interno de 27 mm y un diámetro externo de 65 mm y se encuentran disponibles en longitudes de 4" a 60". La vela es preferiblemente una vela de filtro asimétrica, aglutinada con resina y sin un núcleo de soporte. De preferencia contiene esencialmente fibras acrílicas que se unen con resinas fenólicas.

45 Como ya se ha mencionado antes, el filtro coalescente puede integrarse a una unidad más grande, por ejemplo, a un recipiente de filtro. De preferencia, en el contexto de la presente invención, por un filtro coalescente que está preparado de resina acrílica-fenólica, se entiende el material de filtro como tal. Los otros componentes de la unidad de filtro, por ejemplo, el envase de la unidad (envase del filtro) o el módulo del filtro en el cual se acomodan el material de filtro, pueden prepararse de otros materiales distintos de resina acrílica fenólica.

50 El término "preparado de" significa en el contexto de la presente invención que el material usado para la preparación del material de filtro contiene resina acrílica-fenólica. De acuerdo con la invención, el material de filtro contiene al menos 50% en peso, preferiblemente al menos 75% en peso y principalmente al menos 95% en peso de resina acrílica-fenólica.

55 De preferencia, en la etapa b) la velocidad de flujo de ingreso de la corriente (S1) es de 0,5 a 20 kg/(cm<sup>2</sup> \* h), principalmente de 0,5 a 5 kg/(cm<sup>2</sup> \* h), respecto del área media de sección transversal del dispositivo coalescente (DC), o respecto (incluido el dato de intervalo de 0,05 a 150 kg/(cm<sup>2</sup> \* h)) al área de sección transversal del filtro coalescente.

Además, de acuerdo con la invención, la densidad de empaquetamiento del dispositivo coalescente (DC) es de 50 a 500 kg/m<sup>3</sup> y/o al menos dos dispositivos coalescentes (DC) están conectados en paralelo, en cuyo caso los al menos dos dispositivos coalescentes (DC) pueden operar de manera simultánea y/o alternada.

5 El filtro coalescente empleado en el procedimiento según la invención en calidad de dispositivo coalescente (DC) se emplea preferiblemente sin adhesión y/o la pérdida de presión sobre el filtro coalescente es preferiblemente de 0,001 a 1 bar, más preferiblemente de 0,001 a 0,5 bar, de modo particularmente preferido 0,001 a 0,2 bar.

10 En la etapa c), la separación de la fase dispersada (A) de la fase (B) se efectúa en el dispositivo coalescente (DC). La realización de la separación como tal, donde a causa del efecto coalescente del dispositivo coalescente (DC) se obtienen fases (A) y (B) separadas una de otra por medio de un filtro coalescente en calidad de dispositivo coalescente (DC), es conocida por el experto en la materia.

15 Según la etapa d), en el procedimiento según la invención, del dispositivo coalescente (DC) se efectúa la descarga de una corriente (S2) que comprende al menos 70% en peso, preferiblemente al menos 90% en peso de la fase (A). De modo particularmente preferido, en la corriente (S2) no se encuentra contenida la fase (B), o se encuentra contenida sólo una cantidad muy baja (< 1 % en peso). Los datos anteriores en % en peso se refieren a los datos correspondientes de cantidades que se encuentran contenidos en la corriente (S1).

20 En la etapa e), del dispositivo coalescente (DC) se efectúa la descarga de una corriente (S3) que comprende al menos 70% en peso, preferiblemente al menos 90% en peso de la fase (B). De modo particularmente preferido, en la corriente (S2) no está contenida la fase (A), o solamente está contenida una pequeña cantidad (< 1 % en peso). Los datos anteriores en % en peso se refieren a los datos de cantidades correspondientes que se encuentran contenidas en la corriente (S1).

De preferencia, la corriente (S1) proporcionada en la etapa a) se obtiene de una unidad de separación de fases que se conecta previamente al dispositivo coalescente (DC). Esta unidad de separación de fases es preferiblemente un separador de fases.

De acuerdo con la invención, como dispositivo coalescente (DC) se emplea un filtro coalescente.

25 Además, se prefiere que previamente a la unidad de separación de fases (a su vez) se conecte un aparato de reacción o una cascada de aparatos de reacción. Este aparato de reacción o esta cascada de aparatos de reacción son preferiblemente dispositivos que son adecuados para realizar una isomerización de hidrocarburos en presencia de al menos un líquido iónico como catalizador.

30 En una forma preferida de la presente invención, adicional a las etapas a) a e) antes descritas, se realizan las siguientes etapas f) a k) adicionales que se definen tal como sigue:

f) descargar una corriente (S4) del aparato de reacción o de la cascada de aparatos de reacción, en cuyo caso (S4) contiene una dispersión (D2) en la cual la fase (B) está dispersada en la fase (A),

35 g) introducir una corriente (S5), que contiene al menos 70 % en peso, preferiblemente al menos 90 % en peso, de la fase (B), a la corriente (S4), y la corriente (S5) se hace recircular de la etapa k), preferiblemente se mezclan las corrientes (S4) y (S5) por medio de un dictador o un mezclador estático,

h) para formar una corriente (S6) que contiene una dispersión (D1) en la cual la fase (A) se dispersa en la fase (B),

i) introducir la corriente (S6) en la unidad de separación de fases que se conecta previamente al dispositivo coalescente (DC),

40 j) separar la corriente (S6) en la unidad de separación de fases en una corriente (S1), según la etapa a) y en una corriente (S7) que contiene al menos 70 % en peso, preferiblemente al menos 90 % en peso, de la fase (A),

k) Separación de una cantidad parcial de la corriente (S1) y/o de una cantidad parcial de la corriente (S3) según la etapa e) en forma de la corriente (S5) y recircular la corriente (S5) según la etapa g).

45 En el contexto de la presente invención, la corriente (S5), que en la etapa g) se introduce a la corriente (S4), puede formarse de una cantidad parcial de la corriente (S1). De manera alternativa a esto, la corriente (S5) también puede formarse de una cantidad parcial de la corriente (S3). Opcionalmente, la corriente (S5) también puede formarse de diferentes cantidades parciales o de cantidades parciales iguales de las corrientes (S1) y (S3). De preferencia, la corriente (S5) se forma de una cantidad parcial de la corriente (S1). A manera de ejemplo, entre 50 y 90 % de las corrientes (S1) y/o (S3) se separan en forma de la corriente (S5) y se reintroducen en la corriente (S4). Sin embargo, también es concebible que se hagan recircular, al menos temporalmente, las corrientes correspondientes en  
50 cantidades más grandes o incluso completamente. Recirculando las cantidades parciales de las corrientes (S1) y/o (S3) en forma de la corriente (S5) e introduciendo de modo asociado la corriente (S5) a la corriente (S4) se logra la

- inversión de la dirección de dispersión en la corriente (S4). La inversión de la dirección de dispersión significa que en la corriente (S4) se encuentra contenida una dispersión (D2) en la cual la fase (B) se dispersa en la fase (A) y que seleccionando adecuadamente la cantidad de la corriente (S5) en la etapa g) se forma una corriente (S6) que contiene la dispersión (D1) en la cual la fase (A) se dispersa en la fase (B). Si antes del filtro coalescente (K) se conecta previamente una unidad de separación de fases, principalmente un separador de fases, en la dispersión (D1) se reduce aún más la fracción de la fase (A), lo cual tiene un efecto ventajoso en el desempeño de separación en el filtro coalescente (K).
- De preferencia, en la etapa g) se efectúa la introducción de la corriente (S5) a la corriente (S4) en un dispositivo de agitación o de mezcla en el cual se forma la corriente (S6) según la etapa h).
- Además, se prefiere que la proporción de fases de la fase (A) a la fase (B) en la dispersión (D1) contenida en la corriente (S6) sea  $\leq 3$  [kg/kg], preferiblemente  $\leq 0,9$  [kg/kg].
- Además, se prefiere que la corriente (S4) se obtenga de una isomerización en presencia de un líquido iónico, principalmente una isomerización de metilciclopentano (MCP) en ciclohexano en presencia de un líquido iónico.
- Además, se prefiere que en la etapa k) se efectúe la separación de la corriente (S5) de la corriente (S1) por fuera de la unidad de separación de fases.
- Opcionalmente, la corriente (S7) separada de la unidad de separación de fases según la etapa j) y/o la corriente (S2) descargada del dispositivo coalescente (DC) según la etapa d) que contienen respectivamente la fase (A), se hacen recircular al aparato de reacción o a la cascada de aparatos de reacción. Opcionalmente, la corriente (S7) y/o la corriente (S2) también pueden hacerse recircular a otro sitio del procedimiento según la invención, por ejemplo, a un dispositivo de mezcla o agitación para controlar la concentración de la fase (A) en la dispersión (D1).
- De la corriente (S3), en el contexto de la presente invención, se aísla preferentemente ciclohexano. El procedimiento y los dispositivos para la separación de ciclohexano de la corriente (S3), principalmente cuando se trata de una mezcla de hidrocarburos, son conocidos por el experto en la materia. Opcionalmente, antes de la separación del ciclohexano pueden realizarse todavía otras etapas de purificación (por ejemplo, un lavado con una fase acuosa y/o alcalinas), las cuales son conocidas por el experto en la materia.
- En la figura 1 se ilustra nuevamente el procedimiento según la invención (una configuración de la forma preferida de realización antes descrita). Según la figura 1, el procedimiento se realiza de manera que tanto de la corriente (S1), como también de la corriente (S3), se hace recircular una cantidad parcial en forma de corriente (S5) a la corriente (S4). Para un mejor entendimiento, en la figura 1 bajo las corrientes respectivas, en paréntesis se indican los componentes principales contenidos allí. En las corrientes (S1), (S4) y (S6), la dirección de dispersión de las respectivas dispersiones también se toma en cuenta en la respectiva expresión en paréntesis, en cuyo caso la flecha muestra la dirección de la dispersión. Esto significa que, por ejemplo, la dispersión (D2) contenida en la corriente (S4) presenta una fase (B) que es dispersada en la fase (A). En la figura 1, la introducción de la corriente (S5) a la corriente (S4) se efectúa en un dispositivo de mezcla (M). Por medio de la línea punteada se indica que las corrientes (S7) y/o (S2) opcionalmente también pueden hacerse recircular al aparato de reacción o a una cascada de los aparatos de reacción (R1). PT en la figura 1 significa la unidad de separación de fases y K significa el filtro coalescente.

## REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la separación de una fase (A), que contiene al menos un líquido iónico, de una fase (B), en cuyo caso la fase (A) presenta una viscosidad más alta que la fase (B), el cual comprende las siguientes etapas:
- 5 a) proporcionar una corriente (S1) que contiene una dispersión (D1), en la cual la fase (A) es dispersada en la fase (B),
- b) introducir la corriente (S1) a un dispositivo coalescente (DC), donde la velocidad de flujo de ingreso de la corriente (S1) es de 0,05 a 150 kg/(cm<sup>2</sup> \* h) respecto del área media de la sección de corte transversal del dispositivo coalescente (DC), y la densidad de empaquetamiento del dispositivo coalescente (DC) es de 50 a 500 kg/m<sup>3</sup>; el  
10 dispositivo coalescente (DC) es un filtro coalescente y el material de filtro del filtro coalescente contiene al menos 50 % en peso de resina acrílica-fenólica;
- c) separar la fase dispersada (A) de la fase (B) en el dispositivo coalescente (DC),
- d) descargar una corriente (S2) que comprende al menos 70 % en peso, preferiblemente al menos 90 % en peso de la fase (A) del dispositivo coalescente (DC) y
- 15 e) descargar una corriente (S3) que comprende al menos 70 % en peso, preferiblemente al menos 90 % en peso de la fase (B) del dispositivo coalescente (DC).
2. Procedimiento según la reivindicación 1, que se caracteriza porque el dispositivo coalescente (DC) es un filtro coalescente o un tejido de punto, de preferencia un filtro coalescente.
3. Procedimiento según la reivindicación 1 o 2, que se caracteriza porque
- 20 i) la velocidad de flujo de ingreso de la corriente (S1) es de 0,5 a 20 kg/(cm<sup>2</sup> \* h), principalmente 0,5 a 5 kg/(cm<sup>2</sup> \* h), respecto del área media de sección de corte transversal del dispositivo coalescente (DC), y/o
- ii) al menos dos dispositivos coalescentes (DC) se conectan en paralelo y los al menos dos dispositivos coalescentes (DC) pueden ser operados de modo simultáneo y/o alternado.
4. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 3, que se caracteriza porque el dispositivo coalescente (DC) es un filtro coalescente y
- 25 i) el filtro coalescente se emplea sin adhesión, y/o
- ii) la pérdida de presión sobre el filtro coalescente es de 0,001 a 1 bar, preferiblemente de 0,001 a 0,5 bar, de modo particularmente preferible de 0,001 a 0,2 bar.
5. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 4, que se caracteriza porque la fase (B) contiene al menos un hidrocarburo, como hidrocarburo la fase (B) contiene de preferencia ciclohexano o una mezcla de ciclohexano con al  
30 menos otro hidrocarburo seleccionado de metilciclopentano (MCP), n-hexano, iso-hexano, n-heptano, iso-heptano o dimetilciclopentano.
6. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, que se caracteriza porque el líquido iónico contenido en la fase (A) es un líquido iónico ácido que tiene la composición  $K_1Al_nX_{(3n+1)}$ , donde  $K_1$  es un catión monovalente, X es halógeno y  $1 < n < 2,5$ , de preferencia el líquido iónico ácido contiene en calidad de catión un ion amonio al menos  
35 parcialmente alquilado o un catión heterocíclico y/o en calidad de anión contiene un ion de cloroaluminato que tiene la composición  $Al_nCl_{(3n+1)}$  con  $1 < n < 2,5$ .
7. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 5, que se caracteriza porque en la corriente (S1) la fase (A) en la dispersión (D1) se encuentra presente en máximo 5% en peso.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7, que se caracteriza porque la corriente (S1) se obtiene de  
40 una unidad de separación de fases conectada antes del dispositivo coalescente (DC), antes de la cual, a su vez, está conectado un aparato de reacción o una cascada de aparatos de reacción.
9. Procedimiento según la reivindicación 8, que se caracteriza porque la unidad de separación de fases es un separador de fases.
10. Procedimiento según la reivindicación 8 o 9 que comprende las siguientes etapas adicionales:
- 45 f) descargar una corriente (S4) del aparato de reacción o la cascada de aparatos de reacción según la reivindicación 8, en cuyo caso (S4) contiene una dispersión (D2) en la cual la fase (B) es dispersada en la fase (A),



- g) introducir una corriente (S5) que contiene al menos 70 % en peso, preferiblemente al menos 90 % en peso, de la fase (B), a la corriente (S4), y se hace recircular la corriente (S5) de la etapa k),
- h) para formar una corriente (S6) que contiene una dispersión (D1) en la cual la fase (A) es dispersada en la fase (B),
- 5 i) introducir la corriente (S6) a la unidad de separación de fases que está conectada antes del dispositivo coalescente (DC),
- j) separar la corriente (S6) en la unidad de separación de fases en una corriente (S1), según la etapa a) de la reivindicación 1, y en una corriente (S7) que contiene al menos 70 % en peso, preferiblemente al menos 90 % en peso, de la fase (A),
- 10 k) separar una cantidad parcial de la corriente (S1) y/o una cantidad parcial de la corriente (S3) según la etapa e) de la reivindicación 1 en forma de corriente (S5) y hace recircular la corriente (S5) según la etapa g).
11. Procedimiento según la reivindicación 10, que se caracteriza porque en la etapa g) la introducción de la corriente (S5) a la corriente (S4) se efectúa en un dispositivo de agitación o mezcla en el cual se forma la corriente (S6) según la etapa h).
- 15 12. Procedimiento según la reivindicación 10 o 11, que se caracteriza porque la proporción de fases de la fase (A) a la fase (B) en la dispersión (D1) contenida en la corriente (S6) es  $\leq 3$  [kg/kg], preferiblemente  $\leq 0,9$  [kg/kg].
13. Procedimiento según una de las reivindicaciones 10 a 12, que se caracteriza porque la corriente (S4) se obtiene de una isomerización, de preferencia una isomerización en presencia de un líquido iónico, principalmente una isomerización de metil ciclopentano (MCP) a ciclohexano en presencia de un líquido iónico.
- 20 14. Procedimiento según una de las reivindicaciones 10 a 13, que se caracteriza porque en la etapa k) la separación de la corriente (S5) de la corriente (S1) se efectúa por fuera de la unidad de separación de fases.
15. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 14, que se caracteriza porque de la corriente (S3) se aísla ciclohexano.

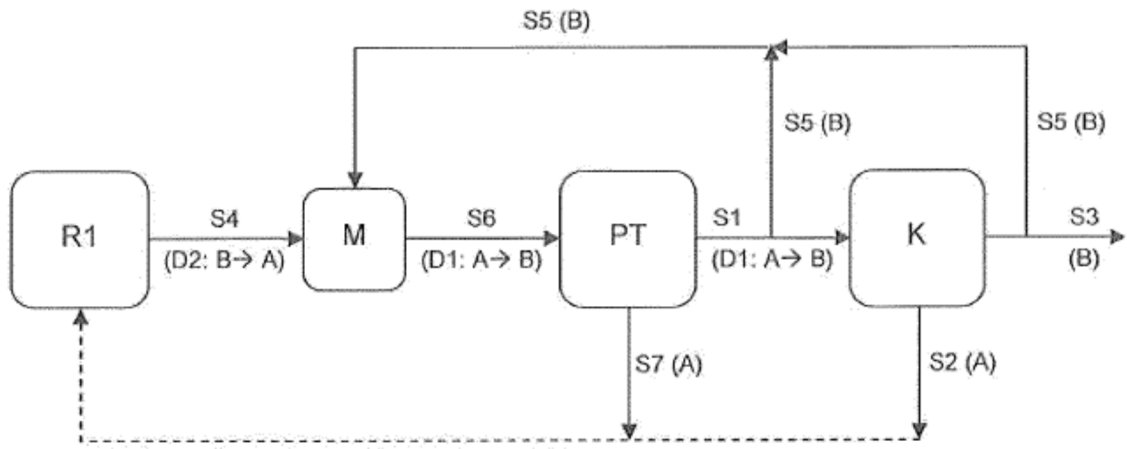


Fig. 1