

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 676 456**

51 Int. Cl.:

B01D 17/04 (2006.01)

C07C 7/10 (2006.01)

B01D 17/02 (2006.01)

C07C 5/29 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **09.07.2013 PCT/EP2013/064428**

87 Fecha y número de publicación internacional: **16.01.2014 WO14009332**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.07.2013 E 13734436 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.04.2018 EP 2872469**

54 Título: **Separación de fases mediante inversión de la dirección de la dispersión**

30 Prioridad:

11.07.2012 EP 12175829

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

19.07.2018

73 Titular/es:

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

72 Inventor/es:

**PFEIFFER, DANIEL y
BITTERLICH, STEFAN**

74 Agente/Representante:

CARVAJAL Y URQUIJO, Isabel

ES 2 676 456 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 fases mediante inversión de la dirección de la dispersión

La presente invención se refiere a un procedimiento para la separación de una fase (A) de una fase (B), en el que la fase (A) exhibe una viscosidad más alta que la fase (B), en lo cual mediante circuito de retorno de una corriente que exhibe en exceso la fase (B), se invierte la dirección de la dispersión de fase (B) en fase (A) hacia fase (A) en fase (B).

La separación o división de mezclas de dos o más fases, en particular cuando estas mezclas están presentes en forma de dispersiones, es un problema general en los procedimientos químicos. Una configuración de caso de frecuente ocurrencia en esta relación, es la separación de un líquido iónico (fase con una elevada viscosidad) de hidrocarburos (fase con una baja viscosidad).

Los líquidos iónicos son adecuados entre otros como catalizadores para la isomerización de hidrocarburos. Por ejemplo en el documento WO 2011/069929 se divulga un uso correspondiente de un líquido iónico, en el que se utiliza una elección especial de líquidos iónicos en presencia de una olefina, para la isomerización de hidrocarburos saturados, en particular para la isomerización de metilciclopentano (MCP) hasta ciclohexano.

En general, líquidos iónicos por un lado e hidrocarburos (o fases orgánicas en general) por el otro, no son miscibles o lo son sólo muy difícilmente, forman dos fases separadas. Para poder usar la acción catalítica mencionada, tiene que producirse un intenso contacto entre la fase orgánica y el líquido iónico. Para ello frecuentemente se mezclan las dos fases en recipientes con agitador, con agitación intensa, para obtener dispersiones. Dependiendo de parámetros como tipo del líquido iónico o la fase orgánica o la relación de fases, puede estar presente la dispersión bien sea como dispersión de un líquido iónico en la fase orgánica, o puede tratarse de una dispersión de la fase orgánica en el líquido iónico. En esta relación, frecuentemente es deseable separar nuevamente las fases después de una reacción/catálisis.

Para la separación de mezclas de dos o más fases, en particular de dispersiones, desde hace tiempo se conoce el uso de filtros de coalescencia. Por ejemplo, en el documento internacional PCT/IB2012/050417 (firmado el 30 de enero de 2012) se divulga un procedimiento para la reducción del contenido de agua en gasolina de pirólisis, usando un filtro de coalescencia, que está fabricado de metal y/o fibra de vidrio. Sin embargo, un filtro de coalescencia puede ser usado no sólo para la separación del 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.

El documento WO 2010/062922 divulga un procedimiento de varias etapas para la separación de un líquido iónico de hidrocarburos, mediante el uso de un filtro de coalescencia. El material del filtro de coalescencia tiene que estar constituido de modo que tenga una más fuerte afinidad por el líquido iónico frente a los hidrocarburos. Como materiales de filtros de coalescencia son adecuados de acuerdo con el documento WO 2010/062922, esferas de vidrio, acero inoxidable, fibras de vidrio, fibras de polímero o membranas orgánicas, en particular fibras de vidrio. En el filtro de coalescencia se causa una separación del líquido iónico de los hidrocarburos.

El documento US-A 2011/0155632 divulga un procedimiento para la fabricación de productos con un bajo contenido de halogenuro de hidrógeno, en el que el contenido de halogenuro de hidrógeno es reducido en al menos dos etapas de separación, mediante arrastre o destilación de una mezcla, que proviene de un reactor y contiene un líquido iónico como catalizador. En una forma de realización del procedimiento descrito en el documento US-A 2011/0155632 a un reactor de alquilación se retorna desde un separador de fases conectado posteriormente, el líquido iónico usado como catalizador, desde una primera columna de destilación ubicada corriente abajo del separador de fases se retorna cloruro de hidrógeno y desde otra segunda columna de destilación ubicada corriente abajo se retorna al reactor de alquilación una corriente que contiene isobutano. Sin embargo, en el documento US-A 2011/0155632 en ninguna parte se divulga si la mezcla de reacción que se encuentra en el respectivo reactor, en el cual se ejecuta por ejemplo una alquilación o isomerización, o que fue retirada de él, estuvo presente como dispersión, o bien dado el caso qué dirección de dispersión estuvo presente. Además, en este documento no se encuentra ningún indicio de que mediante el retorno de un componente de fase pueda invertirse la dirección de dispersión de una dispersión así. Una divulgación análoga a la del documento US-A 2011/0155632 está presente en el documento US-A 2011/0155640, sin embargo el procedimiento allí descrito se refiere a una conversión de hidrocarburo.

El objetivo que es base de la presente invención consiste en la preparación de un procedimiento novedoso para la separación de una fase con una elevada viscosidad, en particular un líquido iónico, de una fase con una menor viscosidad, en particular una fase orgánica que contiene hidrocarburo, en el que la fase con viscosidad más alta está dispersa en la fase con viscosidad más baja.

El objetivo es logrado mediante un procedimiento para la separación de una fase (A) de una fase (B), en el que la fase (A) exhibe una viscosidad más alta que la fase (B), el cual comprende las siguientes etapas:

- a) preparación de una corriente (S1) que contiene una dispersión (D1), en la cual la fase (B) está dispersa en la fase (A), y la fase (B) está presente en máximo 25 % en peso en la dispersión,
- 5 b) introducción de una corriente (S2), que contiene hasta por lo menos 70 % en peso, preferiblemente por lo menos 90 % en peso, de fase (B), en la corriente (S1), en la que la corriente (S2) es retornada de la etapa f),
- c) con formación de una corriente (S3), que contiene una dispersión (D2), en la cual la fase (A) está dispersa en la fase (B), en la que la relación de fases de la fase (A) a la fase (B) en la dispersión (D2) es ≤ 3 [kg/kg],
- d) introducción de la corriente (S3) en una unidad de separación de fases,
- 10 e) separación de la corriente (S3) en la unidad de separación de fases en una corriente (S5), que contiene por lo menos 70 % en peso, preferiblemente por lo menos 90 % en peso, de fase (B), y en una corriente (S4) que contiene por lo menos 70 % en peso, preferiblemente por lo menos 90 % en peso, de fase (A),
- f) separación de una cantidad parcial de la corriente (S5) como corriente (S2) y retorno de la corriente (S2) hacia la etapa b).
- 15 Mediante el procedimiento de acuerdo con la invención puede alcanzarse de manera ventajosa una separación efectiva de una fase de alta viscosidad, en particular de líquidos iónicos, de una fase de baja viscosidad, en particular una fase orgánica que contiene hidrocarburo, en la cual se ejecuta una inversión de la dirección de dispersión en la dispersión que contiene ambas fases. De acuerdo con la invención, mediante la inversión de la dirección de dispersión se causa que la dirección de dispersión de "fase de baja viscosidad en fase de alta viscosidad" cambie a "fase de alta viscosidad en fase de baja viscosidad". El concepto de "inversión de la dirección de dispersión" es definido en mayor detalle en el siguiente texto, en relación con la etapa c) del procedimiento de acuerdo con la invención.
- 20

Las alquilaciones o isomerizaciones de hidrocarburos (fases orgánicas) pueden ser ejecutadas en presencia de líquidos iónicos, en las que los líquidos iónicos exhiben como regla una viscosidad más alta que las fases orgánicas. Como regla, estas reacciones transcurren con una dirección de dispersión de "fase de baja viscosidad en fase de alta viscosidad". La separación (separación de fases) de grandes cantidades de tales componentes altamente viscosos transcurren en contraste de manera relativamente lenta, por ello es necesario un costo instrumental mayor, en comparación con el procedimiento de acuerdo con la invención. En el curso de la inversión de acuerdo con la invención de la dirección de dispersión transcurre la separación de fases de manera mucho más rápida, por lo cual es necesario un costo instrumental menor. Con ello, en casos en los cuales la separación de fases está comunicada en serie con una etapa de reacción (por ejemplo una isomerización) ejecutada en un sistema de dos fases (incluso entonces cuando allí por razones de técnica de reacción se ajusta una elevada relación de fases fase de alta viscosidad/fase de baja viscosidad), con el procedimiento de acuerdo con la invención puede alcanzarse una rápida separación de fases y con ello se mantiene bajo el costo de equipamiento para esta etapa. Esto se da por ejemplo para conversiones de hidrocarburo en presencia de líquidos iónicos con efecto catalítico, en particular isomerizaciones, donde el líquido iónico o una mezcla de varios líquidos iónicos, representa la fase de alta viscosidad.

En tanto en el marco de la presente invención, a continuación de la inversión de la dirección de dispersión y de la etapa de separación asociada con ella, en una unidad de separación de fases, preferiblemente en un separador de fases, se ejecute otra etapa de separación usando un filtro de coalescencia, por ejemplo un filtro de coalescencia de resina de acrilfenol, o usando un separador posterior, se alcanza adicionalmente una separación mejorada de componentes altamente viscosos presentes en forma finamente dispersa y/o en pequeñas cantidades, en particular líquidos iónicos.

A continuación se define en detalle el procedimiento de acuerdo con la invención para la separación de una fase (A) de una fase (B), mediante retorno de una corriente que exhibe en exceso la fase (B) y la inversión de la dirección de dispersión asociada con ella.

En el marco de la presente invención, la fase (A) se caracteriza primero porque exhibe una viscosidad más alta que la fase (B). En la fase (A) puede estar presente cualquier compuesto, teniendo como premisa que se da el mencionado carácter de dos fases y la viscosidad de la fase (A) debida a los compuestos allí presentes, es más alta (mayor) que la viscosidad de la fase (B), que a su vez es determinada por los compuestos presentes en la fase (B). Por ejemplo, si en la fase (A) están presentes líquidos iónicos, que determinan la viscosidad de la fase (A) o -en tanto en la fase (A) estén presentes otros compuestos miscibles con líquidos iónicos - influyen esencialmente en la viscosidad de la fase (A).

Preferiblemente la fase (A) exhibe una viscosidad más alta en por lo menos 0,1 mPas, en particular en por lo menos 20 mPas, que en la fase (B).

Preferiblemente, la fase (A) contiene por lo menos un líquido iónico. Por ejemplo en la fase (A) pueden estar presentes mezclas de dos o más líquidos iónicos, preferiblemente la fase (A) contiene un líquido iónico. Aparte del líquido iónico en la fase (A) pueden estar presentes también otros componentes, que son miscibles con el líquido iónico. Tales componentes pueden ser por ejemplo cocatalizadores, que son usados en reacciones de isomerización, usando líquidos iónicos. Un ejemplo preferido para tales cocatalizadores son halogenuros de hidrógeno, en particular cloruro de hidrógeno. Además, en la fase (A) pueden estar presentes también componentes de la fase (B) o productos de descomposición de los líquidos iónicos, que pueden surgir por ejemplo durante el proceso de isomerización, como cloruro de aluminio. Preferiblemente, en la fase (A) la fracción del líquido iónico es mayor a 80 % en peso (referida a la suma de todos los componentes de la fase (A)).

En el marco de la presente invención, son adecuados como líquidos iónicos, en principio todos los líquidos iónicos conocidos por los expertos. Por ejemplo en el documento WO 2011/069929 puede tomarse un vistazo respecto a líquidos iónicos adecuados. En el marco de la presente invención se prefiere un líquido iónico ácido. Preferiblemente el líquido iónico presente en la fase (A) es un líquido iónico, en particular es un líquido iónico ácido, con la composición $K_1Al_nX_{(3n+1)}$, en la que K_1 es un catión monovalente, X es halógeno y $1 < n < 2,5$. K_1 es preferiblemente un ion amonio no sustituido o al menos parcialmente alquilado o un catión heterocíclico, (monovalente), en particular un ion piridinio, un ion imidazolio, un ion piridazinio, un ion pirazolio, un ion imidazolinio, un ion tiazolio, un ion triazolio, un ion pirrolidinio, un ion imidazolidinio o un ion fosfonio. X es preferiblemente cloro o bromo.

Más preferiblemente el líquido iónico, en particular el líquido iónico ácido, contiene como catión un ion amonio al menos parcialmente alquilado o catión heterocíclico y/o como anión un ion cloroaluminato con la composición $Al_nCl_{(3n+1)}$ con $1 < n < 2,5$. Preferiblemente el ion amonio al menos parcialmente alquilado contiene uno, dos o tres radicales alquilo con (en cada caso) 1 a 10 átomos de carbono. En tanto estén presentes dos o tres sustituyentes alquilo con los correspondientes iones amonio, las respectivas longitudes de pueden ser elegidas independientemente una de otra, preferiblemente todos los sustituyentes alquilo exhiben la misma longitud de cadena. De modo particular se prefieren los iones amonio trialquilados con una longitud de cadena de 1 a 3 átomos de carbono. El catión heterocíclico es preferiblemente un ion imidazolio o un ion piridinio.

De modo particular, preferiblemente el líquido iónico, en particular el líquido iónico ácido, contiene como catión un ion amonio al menos parcialmente alquilado y como anión un ion cloroaluminato con la composición $Al_n-Cl_{(3n+1)}$ con $1 < n < 2,5$. Son ejemplos de tales líquidos iónicos preferidos de modo particular trimetilamoniocloroaluminato y trietilamoniocloroaluminato.

En el marco de la presente invención, la fase (B) se caracteriza primero porque frente a la fase (A) exhibe una menor viscosidad. Por ejemplo, la fase (B) puede ser una fase orgánica. Preferiblemente la fase (B) es una fase orgánica que no es miscible, o lo es sólo muy difícilmente, con líquidos iónicos y/o que contiene máximo 1 % en peso de líquidos iónicos (referidos al peso total de la fase) (exclusivamente eventualmente fase externa monodispersa). Además, se prefiere que la fase (B) contenga por lo menos un hidrocarburo. Más preferiblemente, la fase (B) contiene como hidrocarburo ciclohexano o una mezcla de ciclohexano con por lo menos otro hidrocarburo, elegido de entre metilciclopentano (MCP), n-hexano, iso-hexano, n-heptano, iso-heptano o dimetilciclopentano. De modo particular preferiblemente, la fase (B) contiene una mezcla de ciclohexano, MCP y por lo menos otro hidrocarburo.

En el marco de la presente invención, en la etapa a) ocurre la preparación de una corriente (S1) que contiene una dispersión (D1), en la cual la fase (B) está dispersa en la fase (A), y la fase (B) está presente hasta máximo 25 % en peso en la dispersión. La dirección de dispersión (es decir la información sobre cual fase está presente en forma dispersa en las otras respectivas fases) puede ser determinada estudiando una muestra, dado el caso después de la adición de un colorante que colorea selectivamente la una fase, bajo un microscopio de luz, con luz transmitida. La presencia de una dispersión como tal puede ser reconocida mediante el enturbiamiento del correspondiente contenido del recipiente.

La dispersión (D1) puede ser fabricada de acuerdo con métodos conocidos por el experto, por ejemplo puede generarse una dispersión así mediante agitación intensa de los componentes presentes en las respectivas fases. Un procedimiento así puede ocurrir por ejemplo en el marco de un procedimiento de isomerización de hidrocarburo, usando un líquido iónico. En la dispersión (D1) pueden estar presentes las fases (A) y (B) en cualquier relación mutua, teniendo como premisa que la fase (B) está dispersa en la fase (A). En la corriente (S1), en la dispersión (D1) está presente la fase (B) hasta máximo 25 % en peso (referido en cada caso a la cantidad de fase (A)).

De acuerdo con la etapa b) de acuerdo con la invención, ocurre la introducción de una corriente (S2), que contiene hasta por lo menos 70 % en peso, preferiblemente por lo menos 90 % en peso, en particular por lo menos 99 % en

peso, de fase (B), en la corriente (S1), en la que la corriente (S2) retorna de la etapa f). Los datos precedentes en % en peso, se refieren a la cantidad total de la corriente (S2).

En la etapa c) ocurre la formación de una corriente (S3), que contiene una dispersión (D2), en la cual la fase (A) está dispersa en la fase (B), en la que la relación de fases de la fase (A) a la fase (B) en la dispersión (D2) es < 3 [kg/kg]. Mediante el retorno de una cantidad parcial de la corriente (S5) como corriente (S2) y la introducción asociada con ello de la corriente (S2) en la corriente (S1) se logra una inversión de la dirección de dispersión en la corriente (S1). Invertir la dirección de dispersión significa que en la corriente (S1) está presente primero una dispersión (D1), en la cual la fase (B) está dispersa en la fase (A). La cantidad de corriente (S2) en la etapa b) es elegida de modo que se forma una corriente (S3) que contiene la dispersión (D2), en la cual la fase (A) está dispersa en la fase (B). En el marco de la presente invención, la etapa c) es preferiblemente la consecuencia directa de la ejecución de la etapa b). Esto significa que las etapas b) y c) de acuerdo con la invención preferiblemente no son ejecutadas separadas espacialmente una de otra, sino que la ejecución de la etapa b) causa inmediatamente la formación de la dispersión (D2) de acuerdo con la etapa c). Preferiblemente en la etapa b) ocurre la introducción de la corriente (S2) en la corriente (S1) en un recipiente con agitador o mezclador estático, en el cual se forma la corriente (S3) de acuerdo con la etapa c). Dado el caso, también es posible que las etapas b) y c) de acuerdo con la invención sean ejecutadas espacialmente separadas una de otra. Para todas las formas de realización, también es imaginable que en la etapa (b) se introduzcan una o varias otras corrientes, que contienen un exceso de fase (A) o de fase (B), para con ello modular el ajuste de la dispersión (D2).

De acuerdo con la etapa d), en el procedimiento de acuerdo con la invención ocurre la introducción de la corriente (S3) en una unidad de separación de fases. Las unidades de separación de fases como tales son conocidas por los expertos. Esta unidad de separación de fases es preferiblemente un separador de fases.

En la etapa e) ocurre la separación de la corriente (S3) en la unidad de separación de fases en una corriente (S5), que contiene por lo menos 70 % en peso, preferiblemente por lo menos 90 % en peso, de modo particular preferiblemente por lo menos 99 % en peso, de fase (B), y en una corriente (S4) que contiene por lo menos 70 % en peso, preferiblemente por lo menos 90 % en peso, de modo particular preferiblemente por lo menos 99 % en peso, de fase (A). Los datos precedentes en % en peso se refieren a las cantidades correspondientes que están presentes en la corriente (S3).

En la etapa f) ocurre la separación de una cantidad parcial de la corriente (S5) como corriente (S2) y retorno de la corriente (S2) hacia la etapa b). Por ejemplo, la separación de la corriente (S2) de la corriente (S5) ocurre por fuera de la unidad de separación de fases. Por regla general, se separa entre 50 y 90 % de la cantidad total de la corriente (S5) como corriente (S2) y se retorna en la corriente (S1). Sin embargo, también es imaginable que se retornen al menos temporalmente grandes cantidades o incluso se retorne completamente la corriente (S5). La relación de fases de la fase (A) a la fase (B) en la dispersión (D2) presente en la corriente (S3) es ≤ 3 [kg/kg], de modo particular preferiblemente $\leq 0,9$ [kg/kg]. En una forma alternativa de realización de la presente invención, se prefiere que la relación de fases de la fase (A) a la fase (B) en la dispersión (D2) presente en la corriente (S3) sea $< 2,5$ [kg/kg], en la que la corriente (S3) es formada en un dispositivo de agitación mediante introducción de la corriente (S2) en la corriente (S1).

Además, se prefiere que la corriente (S1) sea obtenida a partir de una reacción en presencia de un líquido iónico (como catalizador), preferiblemente una isomerización, en particular una isomerización de metilciclopentano (MCP) hasta ciclohexano. Preferiblemente la reacción es ejecutada en un recipiente con agitación o una cascada de recipientes con agitación.

Además, se prefiere que la corriente (S5) (de la unidad de separación de fases) obtenida de acuerdo con la etapa e) contenga máximo 10 % en peso de fase (A). De modo particular preferiblemente en la corriente (S5) no está presente o está presente sólo una pequeña cantidad de fase (A) (< 1 % en peso). Además, se prefiere que la corriente (S4) (de la unidad de separación de fases) obtenida de acuerdo con la etapa e) contenga máximo 15 % en peso de fase (B) y/o la corriente (S4) sea retornada a una isomerización. Los datos precedentes en % en peso se refieren a las cantidades totales de corriente (S5) o corriente (S4).

En la figura 1 se aclara una vez más el procedimiento de acuerdo con la invención, según las etapas a) a f) descritas previamente. Para mejor entendimiento, en la figura 1, bajo las respectivas corrientes, se indican en paréntesis los componentes principales allí presentes. Para las corrientes (S1) y (S3) se considera en la respectiva expresión en paréntesis, también la dirección de dispersión de las respectivas dispersiones, en las que la flecha pone de manifiesto la dirección de dispersión. Esto significa, por ejemplo que la dispersión (D1) presente en la corriente (S1) exhibe una fase (B), que está dispersa en la fase (A). En la figura 1 la introducción de la corriente (S2) en la corriente (S1) ocurre en un dispositivo (M) de mezcla. Mediante la línea punteada se señala que la corriente (S4) puede retornar dado el caso también al aparato de reacción o a una cascada de aparatos (R1) de reacción, en los cuales puede ejecutarse una isomerización en presencia de un líquido iónico. PT en la figura 1 significa unidad de separación de fases.

5 En una forma preferida de realización de la presente invención, con la corriente (S5), la cual se origina en la unidad de separación de fases según la etapa e), se ejecuta (por lo menos) otra etapa de separación de fases. Esta otra etapa de separación de fases es ejecutada preferiblemente, para separar cantidades residuales de fase (A) presentes en la corriente (S5). De modo particular preferiblemente, después de la ejecución de esta otra etapa de separación de fases, en la corriente (S5) no está presente o sólo están presentes bajas cantidades de fase (A) (< 50 ppm en peso). Esta otra etapa de separación de fases puede ocurrir directamente a continuación de la ejecución de la etapa e) o justo después de la separación de la corriente (S2) según la etapa f). Preferiblemente esta otra etapa de separación de fases ocurre a continuación de la separación de la corriente (S2) según la etapa f).

10 Los dispositivos para la ejecución de esta otra etapa de separación de fases son conocidos por los expertos. Preferiblemente, para ello se usan dispositivos que son adecuados para retirar cantidades residuales o cantidades pequeñas (< 2,5 % en peso referida a la cantidad total que va a ser separada). Los líquidos preferidos son filtros de coalescencia u otros separadores adicionales. Los separadores adicionales son un separador de fases en serie con una primera unidad de separación de fases, con o sin accesorios. Son posibles accesorios las telas tejidas, cuerpos de relleno, empaques o tubos.

15 Preferiblemente esto es ejecutado de modo que después de la separación de la corriente (S2), se conduce la corriente (S5) a través de un filtro de coalescencia y/u otro separador posterior, para separar cantidades remanentes residuales de fase (A) en la corriente (S5). De modo particular preferiblemente, después de la ejecución de esta otra etapa de separación de fases, en la corriente (S5) no está presente o sólo están presentes pequeñas cantidades de fase (A) (< 50 ppm en peso).

20 En tanto se use un filtro de coalescencia, preferiblemente es un filtro de coalescencia de fibra de vidrio o resina de acrilofenol, en particular de resina de acrilofenol. Los filtros de coalescencia de resina de acrilofenol están disponibles comercialmente por ejemplo de la compañía Fuhr GmbH (Alemania) o del fabricante CUNO Fluid Purification. Tales filtros (K) de coalescencia tienen finuras de 1-150 µm, preferiblemente 10, 25 o 50 µm, de modo particular preferiblemente 10 µm. Además, son posibles 2 versiones respecto a la superficie: acanalado y no acanalado, se prefiere no acanalado. Las boquillas del filtro (K) de coalescencia como tales, tienen por ejemplo un diámetro interior de 27 mm y un diámetro exterior de 65 mm y son obtenibles en longitudes de 4" a 60". La bujía es preferiblemente una bujía de filtro asimétrica, unida con resina y sin núcleo de soporte. Preferiblemente contienen esencialmente fibras acrílicas, que están unidas con resina de fenol.

30 El filtro de coalescencia puede estar integrado a una unidad más grande, por ejemplo un recipiente de filtro. Preferiblemente, en el marco de la presente invención se entiende por un filtro de coalescencia, que está fabricado de fibra de vidrio o resina de acrilofenol, al material de filtro como tal. Los otros componentes de la unidad de filtro, por ejemplo el recipiente de la unidad (recipiente de filtro) o el módulo del filtro, en el cual está incorporado el material de filtro, pueden ser fabricados de otros materiales como fibra de vidrio y/o resina de acrilofenol. El concepto de "fabricado de" significa en el marco de la presente invención, que el material usado para la fabricación del material de filtro contiene fibra de vidrio o resina de acrilofenol. Preferiblemente el material de filtro contiene por lo menos 50 % en peso, más preferiblemente por lo menos 75 % en peso y en particular por lo menos 95 % en peso de fibra de vidrio o resina de acrilofenol.

40 En tanto se use otro separador posterior (también denominado como separador posterior de fases) como un filtro de coalescencia, el separador posterior contiene preferiblemente una tela tejida, en particular una tela tejida de fibra de vidrio. Las telas tejidas adecuadas, en particular la tela tejida de fibra de vidrio, son conocidos por los expertos, están disponibles comercialmente por ejemplo de la compañía Rhodius (Alemania). Las telas tejidas de fibra de vidrio preferidas son fibras de vidrio cortadas con un diámetro de fibra entre 0,1 a 0,6 mm, preferiblemente entre 0,14 a 0,3 mm. La tela tejida contiene esencialmente felpas enrolladas de fibra (de apilamiento de vidrio) con una densidad entre 100 a 800 kg/m³, preferiblemente 150 a 500 kg/m³, de modo particular preferiblemente 200 a 400 kg/m³.

50 Dado el caso, la cantidad de fase (A) separada del dispositivo para la ejecución de la otra etapa de separación de fases, puede retornarse al procedimiento de acuerdo con la invención. Preferiblemente un retorno así ocurre en el equipo de reacción o la cascada de equipos de reacción, en los cuales puede ejecutarse una isomerización en presencia de un líquido iónico. Preferiblemente se combina este retorno con la corriente (S4), que surge en la etapa e) del procedimiento de acuerdo con la invención. Dado el caso pueden retornarse estas corrientes que contienen la fase (A) también a otra posición del procedimiento de acuerdo con la invención, por ejemplo un dispositivo de mezcla o agitación, para modular la concentración de la fase (A) en la dispersión (D2).

55 Además, es posible que de la corriente (S5) se separe otra cantidad parcial, una vez en el dispositivo para la ejecución de la otra etapa de separación de fases se separó la cantidad residual de fase (A) y se combine ésta dado el caso con la corriente (S2) y se retorne hacia la etapa b).

En la figura 2 se aclara una vez más el procedimiento de acuerdo con la invención (una modificación) de la forma

de realización preferida descrita previamente. En la figura 2 las abreviaturas, flechas así como líneas punteadas tienen un significado análogo al citado previamente para la figura 1; K significa dispositivo de coalescencia que contiene un filtro de coalescencia.

5 En el marco de la presente invención, de la corriente (S5) se aísla preferiblemente ciclohexano. Los procedimientos y dispositivos para la separación de ciclohexano de la corriente (S5), en particular cuando es una mezcla de un hidrocarburo, son conocidos por los expertos. Dado el caso, antes de la separación del ciclohexano pueden ejecutarse aún otras etapas de purificación (por ejemplo un lavado con una fase acuosa y/o alcalina), que son conocidas por los expertos.

A continuación se aclara la invención, mediante los ejemplos.

10 Ejemplos

Para el estudio se usan las siguientes sustancias:

Fase (A):

Líquido iónico (IL) con la composición $(\text{CH}_3)_3\text{NH Al}_n\text{Cl}_{3n+1}$ con $n=1,82$ de acuerdo con el análisis elemental (también denominada como fase IL).

15 Fase (B):

Mezcla de hidrocarburos con la composición (también denominada como fase orgánica)

- Metilciclopentano 20 % en peso
- Ciclohexano 50 % en peso
- Hexano 28 %

20 • Isohexanos (mezcla técnica) 2 % en peso

El orden del estudio está representado en la ilustración de acuerdo con la figura 3:

En el recipiente (B1) se coloca la fase (B). B1 está unido (como también B2 y B3 y los vertederos de B4 y B5) a una conducción (L1) de gas que conduce nitrógeno, que es mantenida a presión atmosférica.

25 Por medio de una bomba P1 de dosificación se conduce la fase (B) como corriente (S0) al recipiente B2 con agitación. Al respecto, es un recipiente de vidrio de 2L con agitación (diámetro interior: 100 mm) con un agitador de cuchillas oblicuas de 6 cuchillas, diámetro de 60 mm. B2 es operado con un contenido de 1,0 litro. En B2 se genera mediante agitación con un número de revoluciones de 1400 min^{-1} , una dispersión de las dos fases, en la que la fase (A) está dispersa, la cual es conducida como corriente (S1) al recipiente B3 con agitación, de construcción idéntica a B2.

30 El número de revoluciones del agitador en B3 varía durante el ensayo, véase la tabla 1.

35 En B3 se combina (S1) con la corriente (S2), la cual se retira del recipiente B5 (recipiente de bombeo) mediante la bomba P5 de dosificación regulada por la cantidad, con cantidades que varían en el curso del estudio (véase tabla 1). En B3 se forma una dispersión, en la cual la fase (A) está dispersa en la fase (B). De B3 se conduce la corriente (S3) al separador B4 de fases (vidrio, recostado, dimensiones interiores: diámetro 50 mm, longitud 500 mm). En este aparato, que se opera inundado, ocurre la separación de la fase IL (fase inferior) de la fase de hidrocarburo (fase superior). La fase inferior retorna como corriente (S4) mediante la bomba P4 de dosificación hacia B2 con rata constante de bombeo de 1,5 kg/h.

40 La fase superior de B4 es conducida como corriente (S5) mediante un derrame, el cual determina el nivel de líquido en B2 y B3, al recipiente B5. Desde B5 se bombea por algunos ajustes de ensayo la corriente (S2) de retorno hacia B2, la corriente (6) remanente después del retiro de la corriente (S2) es conducida mediante un derrame, el cual determina el nivel de líquido en B5, a un recipiente de recolección.

Todos los recipientes están equipados con una doble chaqueta y son mantenidos a $40 \text{ }^\circ\text{C}$ durante los ensayos descritos a continuación, por medio de un aceite de calefacción mediante un termostato de laboratorio.

El comportamiento de separación de fases es verificado para cada ajuste de ensayo en dos tipos:

45 1. Observación del separador de fases (pruebas de la presencia de un cono de dispersión y dado el caso estimación de su longitud),

2. Detención del agitador en B3 después de interrumpir la corriente de alimentación (desconexión de las bombas) y medición del tiempo para la desintegración de fases.

En la siguiente tabla 1 se presentan los resultados:

Ajuste Nr.	Corriente en cantidad [kg/h]			Relación de fases (A)/(B) en B3*	Número de revoluciones del agitador [1/min]	Cono de dispersión en B4 [cm]	Tiempo para la separación de fases [min]
	Corriente S0	Corriente S4	Corriente S2				
1 (Comp.)	0,5	1,5	0	3	1400	7	aprox. 4
2	0,5	1,5	0,25	2	1400	<0,1	0,2
3	0,5	1,5	0,44	1,6	1400	<0,1	0,2
4	0,5	1,5	0,75	1,2	1200	<0,1	0,2
5	0,5	1,5	1,17	0,9	1030	<0,1	0,2

- 5 Contrario al ejemplo 1 de comparación, en los ejemplos 2 a 5 de realización se llega a la inversión de la dirección de dispersión. En el separador (B4) de fases puede establecerse esto también con la casi completa desaparición del cono de dispersión. La longitud del cono de dispersión es una medida del tiempo que se requiere para la desintegración de fases. Los resultados muestran además que mediante retorno de la fase orgánica con la corriente (S2) es posible que llevar a inversión la dirección de dispersión y mediante ello inducir una considerable aceleración de la separación de fases.
- 10

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la separación de una fase (A) de una fase (B), en el que la fase (A) exhibe una viscosidad más alta que la fase (B), que comprende las siguientes etapas:
- 5 a) suministro de una corriente (S1) que contiene una dispersión (D1), en la que la fase (B) está dispersa en la fase (A), y la fase (B) está presente en máximo 25 % en peso en la dispersión,
- b) introducción de una corriente (S2), que contiene hasta por lo menos 70 % en peso, preferiblemente por lo menos 90 % en peso, de fase (B), en la corriente (S1), en la que la corriente (S2) retorna de la etapa f),
- c) con formación de una corriente (S3), que contiene una dispersión (D2), en la cual la fase (A) está dispersa en la fase (B), en la que la relación de fases de la fase (A) a la fase (B) en la dispersión (D2) es ≤ 3 [kg/kg],
- 10 d) incorporación de la corriente (S3) en una unidad de separación de fases,
- e) separación de la corriente (S3) en la unidad de separación de fases en una corriente (S5), que contiene por lo menos 70 % en peso, preferiblemente por lo menos 90 % en peso, de fase (B), y en una corriente (S4) que contiene por lo menos 70 % en peso, preferiblemente por lo menos 90 % en peso, de fase (A),
- 15 f) retiro de una cantidad parcial de la corriente (S5) como corriente (S2) y retorno de la corriente (S2) hacia la etapa b).
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, caracterizado porque la fase (A) exhibe una viscosidad más alta en por lo menos 20 mPas, que la fase (B).
3. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 1 o 2, caracterizado porque la fase (A) contiene por lo menos un líquido iónico y/o la fase (B) contiene por lo menos un hidrocarburo.
- 20 4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 3, caracterizado porque el líquido iónico presente en la fase (A) contiene como catión un ion amonio al menos parcialmente alquilado o un catión heterocíclico y/o como anión contiene un ion cloroaluminato con la composición $Al_nCl_{(3n+1)}$ con $1 < n < 2,5$.
5. Procedimiento de acuerdo con las reivindicaciones 3 o 4, caracterizado porque la fase (B) contiene como hidrocarburo ciclohexano o una mezcla de ciclohexano con por lo menos otro hidrocarburo, elegido de entre metilciclopentano (MCP), n-hexano, iso-hexano, n-heptano, iso-heptano o dimetilciclopentano.
- 25 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, caracterizado porque la unidad de separación de fases es un separador de fases.
7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, caracterizado porque en la etapa b) ocurre la introducción de la corriente (S2) en la corriente (S1) en un recipiente con agitador o mezclador estático, en el cual la corriente (S3) es formada de acuerdo con la etapa c).
- 30 8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la relación de fases de la fase (A) a la fase (B) en la dispersión (D2) presente en la corriente (S3) es $\leq 0,9$ [kg/kg].
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, caracterizado porque la relación de fases de la fase (A) a la fase (B) en la dispersión (D2) presente en la corriente (S3) es $< 2,5$ [kg/kg], en la que la corriente (S3) se forma en un dispositivo con agitación mediante introducción de la corriente (S2) en la corriente (S1).
- 35 10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado porque la corriente (S1) es obtenida de una isomerización, preferiblemente una isomerización en presencia de un líquido iónico, en particular una isomerización de metilciclopentano (MCP) hasta dar ciclohexano en presencia de un líquido iónico.
11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, caracterizado porque la corriente (S5) contenida de acuerdo con la etapa e) contiene máximo 10 % en peso de fase (A) (referido a la cantidad que está presente en (S3)).
- 40 12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, caracterizado porque la corriente (S4) obtenida de la unidad de separación de fases de acuerdo con la etapa e) contiene máximo 15 % en peso de fase (B) (referida a la cantidad que está presente en (S3)) y/o la corriente (S4) retorna a una isomerización.
- 45 13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12, caracterizado porque la relación de fases de la fase (A) a la fase (B) en la dispersión (D1) presente en la corriente (S1) es > 3 [kg/kg], preferiblemente > 4 [kg/kg].

14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, caracterizado porque después de la separación de la corriente (S2), se conduce la corriente (S5) a través de un filtro de coalescencia y/o un separador posterior, para separar las cantidades residuales remanentes de fase (A) en la corriente (S5).

5 15. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 14, caracterizado porque se usa un filtro de coalescencia, preferiblemente de fibra de vidrio o resina de acrilofenol, o porque el separador posterior contiene una tela tejida, preferiblemente una tela tejida de fibra de vidrio.

16. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 15, caracterizado porque de la corriente (S5) se aísla ciclohexano.

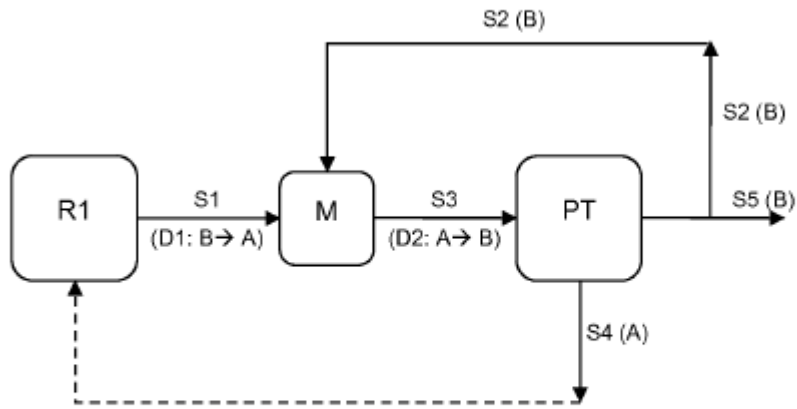


Figura 1

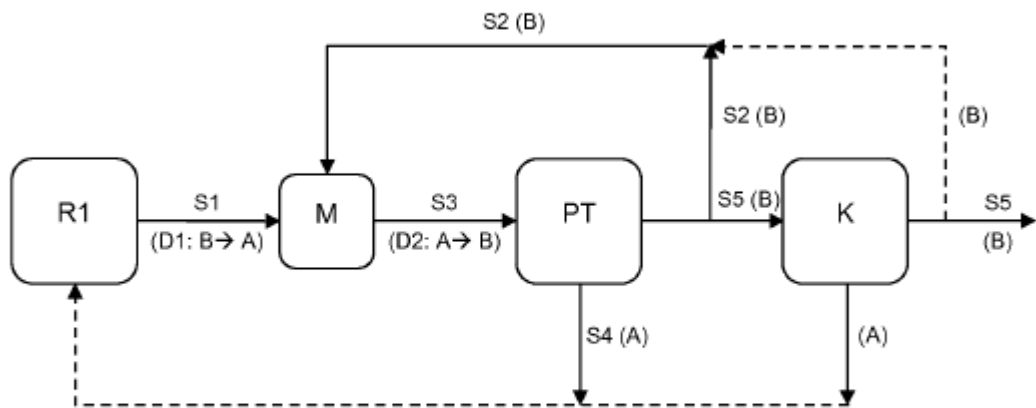


Figura 2

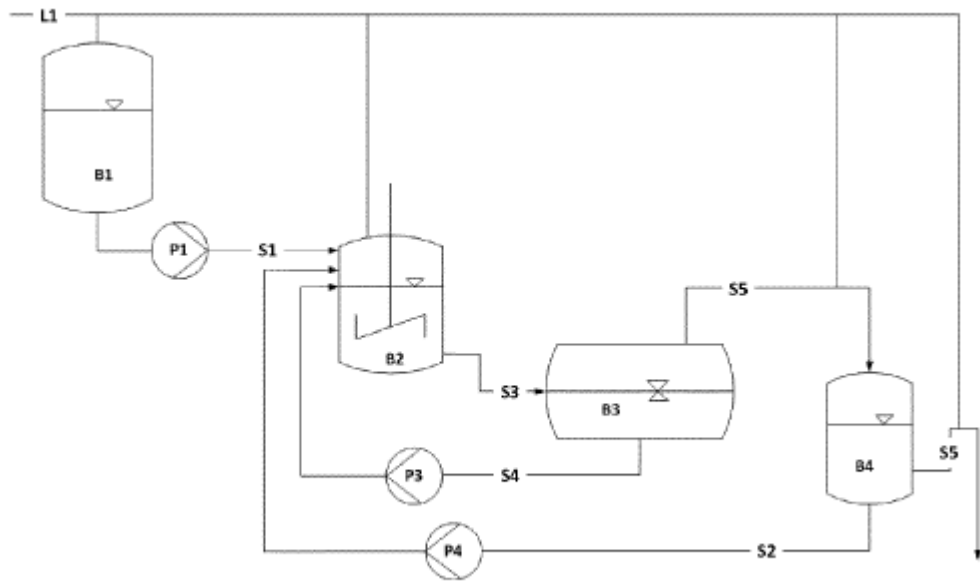


Figura 3