

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 726 714**

51 Int. Cl.:

C11B 3/00 (2006.01)
C11B 3/10 (2006.01)
C11B 3/12 (2006.01)
C11B 3/16 (2006.01)
B01D 9/00 (2006.01)
C10G 73/00 (2006.01)
C11B 7/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **09.12.2016** **E 16203139 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **20.02.2019** **EP 3332853**

54 Título: **Método y aparato para purificar una mezcla que comprende aceite y cera**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
08.10.2019

73 Titular/es:
SULZER MANAGEMENT AG (100.0%)
Neuwiesenstrasse 15
8401 Winterthur, CH

72 Inventor/es:
PFEIL, MATHIAS

74 Agente/Representante:
ELZABURU, S.L.P

ES 2 726 714 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

Método y aparato para purificar una mezcla que comprende aceite y cera

La presente invención se refiere a un método para fraccionar una mezcla bruta que comprende al menos un aceite y al menos una cera, por ejemplo para fraccionar un aceite mineral o sintético contaminado con cera, por ejemplo contaminado con cera de parafina.

Los aceites, tales como aceites minerales, aceites vegetales o aceites sintéticos producidos, por ejemplo, mediante la síntesis de Fischer-Tropsch, son una materia prima importante en diversas industrias dentro de una pluralidad de aplicaciones y procesos químicos. Sin embargo, tales aceites están generalmente contaminados con una cantidad significativa de ceras, que deben eliminarse para mejorar la calidad del aceite, por ejemplo para reducir su enturbiamiento, medido conforme a la norma ASTM D2500 o ASTM D5773. Se define el aceite a este respecto como un hidrocarburo, principalmente como una composición que incluye alcanos, que es líquida a temperatura ambiente y que es sumamente soluble en metiletilcetona. Por el contrario, se define la cera a este respecto como un hidrocarburo, principalmente como una composición que incluye alcanos, que es un sólido plástico a temperatura ambiente y que no es soluble en metiletilcetona cuando se determina de acuerdo con la norma ASTM D721 o DIN 51531.

Se conocen varias técnicas para descerar aceite bruto que esté contaminado con cera. En concreto, entre otras la cristalización de las ceras desde la fracción de aceite, la disolución selectiva de la fracción de aceite en un disolvente que no disuelva la cera, y métodos microbiológicos.

Los procedimientos de descerado basados en cristalización han adquirido importancia durante los últimos años, ya que son adecuados para descerar aceite de manera bastante eficiente y con un consumo de energía bastante bajo. Estos procedimientos de descerado basados en cristalización pueden dividirse a grandes rasgos en dos grupos, a saber, métodos de cristalización sin disolvente y métodos de cristalización que utilizan disolventes.

Los métodos citados en último lugar, que utilizan disolventes, se pueden aplicar para aceites brutos que incluyan todo tipo de ceras, con independencia de su peso molecular, y típicamente se llevan a cabo mezclando el aceite bruto con un volumen suficientemente alto de disolvente, por ejemplo metiletilcetona, que disuelva la fracción de aceite, y enfriando después la mezcla en un cristizador para que cristalice la fracción de cera, que luego es separada de la fase líquida de disolvente y aceite, por ejemplo mediante filtración. Sin embargo, estos métodos son poco convenientes porque requieren la adición de un gran volumen de disolvente, que luego debe eliminarse de la fracción de aceite, lo que hace que todo el método sea energéticamente caro y requiera una instalación compleja. Se conocen ejemplos de estos sistemas a partir de los documentos US 3 006 839 A y US 2 979 453 A.

Por el contrario, en los métodos de cristalización sin disolvente se cristaliza la mezcla bruta sin la adición de ningún disolvente. Sin embargo, tales procedimientos solamente son adecuados para aceites que incluyan exclusivamente ceras que tengan una longitud de cadena de carbono comparativamente corta, por lo que no se pueden emplear para fraccionar aceite bruto que incluya ceras que tengan una longitud de cadena de carbono comparativamente larga.

Además, un inconveniente más grave reside en que todos estos procedimientos solo logran un rendimiento comparativamente bajo.

Además, todos estos métodos requieren, debido al contenido de cera comparativamente alto en la mezcla bruta, al menos en la primera etapa de cristalización, en la cual se descera aceite bruto, que se realiza típicamente en un cristizador en suspensión, una elevada superficie filtrante para separar los cristales de cera de la fase líquida de aceite. Además, debido al contenido de cera comparativamente elevado en la mezcla bruta, los métodos que utilizan disolvente también requieren un alto contenido de disolvente para diluir el aceite y así disminuir la viscosidad. Sin embargo, cuanto más superficie filtrante se requiera para separar los cristales de cera de la fase líquida de aceite, mayores son los costes de inversión para la instalación y más disolvente se requiere durante el proceso, y mayores son los costes energéticos de funcionamiento para eliminar de la mezcla el disolvente después de la cristalización.

En vista de ello, el objeto en que se basa la presente invención es proporcionar un método para fraccionar una mezcla bruta que requiera cristalización con menos superficie filtrante, que se pueda llevar a cabo con un menor consumo de energía por unidad de producto obtenido y que sea particularmente adecuado para el fraccionamiento de mezclas brutas que incluyan solamente ceras pesadas que tengan longitudes de cadena de carbono comparativamente largas, respecto de mezclas brutas que incluyan solamente ceras ligeras que tengan longitudes de cadena de carbono comparativamente cortas, así como de mezclas brutas que incluyan tanto ceras pesadas como ceras ligeras.

De acuerdo con la presente invención, este objeto se logra proporcionando un método para fraccionar una mezcla bruta que comprenda al menos un aceite y al menos una cera, que comprende los siguientes pasos:

(a) llevar a cabo una etapa de prefraccionamiento como una cristalización en capa (i) con una mezcla bruta que

comprenda al menos un aceite y al menos una cera o (ii) con una mezcla con disolvente bruta obtenida al añadir, antes de la etapa de prefraccionamiento, como máximo 100% en peso de disolvente con relación al peso de la mezcla bruta, para preparar una primera fracción que contenga aceite con bajo contenido de cera y una segunda fracción que contenga cera con bajo contenido de aceite,

(b) llevar a cabo una primera etapa de cristalización que incluye

(b₁) una primera subetapa de cristalización en suspensión con la primera fracción que contiene aceite con bajo contenido de cera, para preparar una tercera fracción que contenga aceite descerado y una cuarta fracción, y

(b₂) después de la primera subetapa de cristalización en suspensión, una segunda subetapa de cristalización en suspensión con una mezcla de la cuarta fracción obtenida en el paso (b₁) del método y la segunda fracción que contiene cera con bajo contenido de aceite obtenida en la etapa de prefraccionamiento del paso (a) del método, para preparar una quinta fracción que contenga cera residual (en inglés, "slack wax") y una sexta fracción.

Esta solución se basa en el hallazgo de que, al realizar una etapa de prefraccionamiento como una cristalización en capa con una mezcla bruta o una mezcla con disolvente bruta obtenida al añadir, antes de la etapa de prefraccionamiento, como máximo 100% en peso de disolvente con relación al peso de la mezcla bruta (lo cual se denomina en la presente solicitud de patente "esencialmente libre de disolvente"), para preparar una primera fracción que contenga aceite con bajo contenido de cera y una segunda fracción que contenga cera con bajo contenido de aceite, antes de llevar a cabo una primera etapa de cristalización que incluye una primera subetapa de cristalización en suspensión realizada con la primera fracción que contiene aceite con bajo contenido de cera, para preparar una tercera fracción que contenga aceite descerado. Se puede obtener aceite descerado con una pureza comparativamente alta con costes energéticos de funcionamiento comparativamente bajos y con una cristalización que posea una superficie filtrante comparativamente pequeña. Más específicamente, la cristalización en capa realizada en una o varias subetapas de la etapa de prefraccionamiento permite eliminar, con costes energéticos de funcionamiento comparativamente bajos, una parte significativa de la cera contenida en la mezcla bruta, de forma que se alimenta a la primera etapa de cristalización en suspensión una mezcla purificada con contenido de cera comparativamente bajo. Además, la cristalización en capa realizada en una o varias subetapas de la etapa de prefraccionamiento permite eliminar una parte importante de la cera contenida en la mezcla bruta desde una mezcla esencialmente libre de disolvente, es decir desde la mezcla bruta sin disolvente o con 100% en peso de disolvente, como máximo, con relación al peso de la mezcla bruta, dependiendo de la o las longitudes de cadena de la o las ceras incluidas en la mezcla bruta. Por este motivo, los cristalizadores en suspensión de la primera etapa de cristalización en suspensión requieren, debido al contenido de cera comparativamente bajo de la mezcla purificada, solo una superficie filtrante comparativamente pequeña. Además, la segunda subetapa de cristalización en suspensión de la primera etapa de cristalización en suspensión se puede realizar utilizando la torta del filtro de la primera subetapa de cristalización en suspensión, rediluyéndola con nuevo disolvente para crear una nueva suspensión, lo que además comprende opcionalmente el lavado de la torta del filtro con líquido de lavado o disolvente, respectivamente. Además, debido al contenido de cera comparativamente bajo de la mezcla purificada, solo es necesario añadir bajas cantidades de disolvente a la mezcla para diluir el aceite, de modo que después de la cristalización deben eliminarse, por ejemplo mediante evaporación, menores cantidades de disolvente. También esto contribuye a una reducción de los costes energéticos generales de funcionamiento. En conjunto, en el procedimiento de la presente invención se alivia la carga sobre la primera etapa de cristalización debido a la etapa de prefraccionamiento aguas arriba que lleva a una reducción de más de 50% en los costes energéticos de funcionamiento para la evaporación del disolvente, en comparación con los procedimientos arriba descritos de la técnica anterior, y una reducción de 20 a 60% en la superficie filtrante requerida en la primera etapa de cristalización en suspensión.

En la presente solicitud de patente no se incluye la etapa de prefraccionamiento en la numeración de las etapas de cristalización, aun siendo una etapa de cristalización, con el fin de distinguir entre la etapa de prefraccionamiento y todas las etapas de cristalización posteriores. Por lo tanto, la primera etapa de cristalización del paso (b) del método es de hecho la segunda etapa de cristalización, pero se la denomina primera etapa de cristalización porque es la primera etapa de cristalización después de la etapa de prefraccionamiento.

Además, en la presente solicitud de patente se utiliza la expresión "etapa de cristalización" para describir un proceso realizado en un dispositivo que permite realizar las siguientes tres fases funcionales: i) cristalización (es decir, separación por enfriamiento de cristales con pureza mayor que en la fracción de entrada, con lo que las impurezas se concentran en el líquido no solidificado), ii) resudación (es decir, fusión parcial de los cristales obtenidos en la fase i), que es una purificación adicional de la masa de cristales solidificados, por fusión parcial controlada de las inclusiones de impurezas en la masa cristalina) y iii) fusión total (es decir, fusión de la masa de cristales restante para evacuarla del cristizador o para recristalizarla). En una etapa de cristalización de este tipo se pueden realizarse una vez las tres fases antes mencionadas. Como alternativa, se pueden realizarse dos o incluso más veces las tres fases antes mencionadas, a menudo en serie, es decir, se pueden realizar las fases i) a iii) en un dispositivo y luego se pueden repetir las fases i) a iii) en un segundo dispositivo aguas abajo, o incluso, como alternativa, se pueden realizar las fases i) y iii) sin la fase ii) en una cristalización en suspensión. En este caso, al proceso de cristalización en el primer dispositivo se le denomina primera subetapa de cristalización en suspensión

y al proceso de cristalización en el segundo dispositivo se le denomina segunda subetapa de cristalización. Por lo tanto, una etapa de cristalización puede comprender una, dos o más subetapas de cristalización. Además, cualquiera de los dispositivos mencionados en lo que antecede para una subetapa puede comprender uno o varios cristalizadores dispuestos mutuamente en paralelo con el fin de aumentar la capacidad de la subetapa de cristalización.

"Cristalización en suspensión" indica, según la presente solicitud de patente, los procesos de descerado basados en disolvente, que utilizan cristalizadores con raspador convencionales o enfriadores de cara raspada, en donde se enfría una mezcla de aceite y disolvente, que contiene cera, para formar una suspensión con partículas sólidas de cera en aceite y disolvente, retirándose la suspensión y enviándola a un filtro o centrífuga.

La expresión "cera residual" indica la fracción de cera bruta obtenida después de la subetapa de descerado del paso (b₂) del método. A la cera residual que comprende hidrocarburos que tienen una longitud de cadena de carbono comparativamente corta se la denomina cera residual ligera, y se la define según la presente invención como cera residual que tiene una viscosidad cinemática de 7 cSt como máximo a 100°C. Por el contrario, a la cera residual que comprende hidrocarburos que tienen una longitud de cadena de carbono comparativamente larga se la denomina cera residual pesada, y se la define de acuerdo con la presente invención como cera residual que tiene una viscosidad cinemática superior a 7 cSt a 100°C.

Según la presente invención, un "aceite con bajo contenido de cera" significa una fracción que tiene un contenido de cera menor que la mezcla bruta, pudiendo contener la fracción un disolvente o pudiendo estar libre de disolvente. Análogamente, según la presente invención una "cera con bajo contenido de aceite" significa una fracción que tiene un contenido de aceite menor que la mezcla bruta, pudiendo contener la fracción un disolvente o pudiendo estar libre de disolvente.

La etapa de prefraccionamiento comprende una o varias subetapas de cristalización en capa realizadas cada una con uno o varios cristalizadores en capa, preferiblemente con uno o varios cristalizadores estáticos.

Además, se prefiere que la cristalización de la etapa de prefraccionamiento del paso (a) del método se realice de manera que la primera fracción obtenida tras la cristalización comprenda como máximo 70% en peso, preferiblemente como máximo 60% en peso, más preferiblemente como máximo 55% en peso e incluso más preferiblemente como máximo 50% en peso del contenido de cera de la mezcla bruta. Cuanta más cera se elimine durante la cristalización en la etapa de prefraccionamiento del paso (a) del método, menos disolvente se requiere para la primera etapa de cristalización en suspensión del paso (b) del método y menos superficie filtrante se requiere para los cristalizadores de la primera etapa de cristalización del paso (b) del método. Sin embargo, para mantener en un nivel razonable los costes de funcionamiento para la etapa de prefraccionamiento del paso (a) del método y los costes de inversión para el o los cristalizadores en capa utilizados en el paso (a) del método, se prefiere que la cristalización en la etapa de prefraccionamiento del paso (a) del método se lleve a cabo de manera que la primera fracción obtenida tras la cristalización comprenda no menos de 10% en peso, preferiblemente no menos de 20% en peso y más preferiblemente no menos de 30% en peso, del contenido en cera de la mezcla bruta.

Según la presente invención, el contenido de aceite en la cera se determina conforme a la norma ASTM D721-06, IP158/69 (01)*. Además, el contenido de cera en aceite se puede determinar conforme al método UOP (Universal Oil Products) UOP46.

En un desarrollo adicional de la presente invención se sugiere que el método comprenda además (c) llevar a cabo una segunda etapa de cristalización que comprenda un paso (c₁) del método de llevar a cabo al menos una subetapa de cristalización con al menos una parte de la quinta fracción obtenida en el paso (b₂) del método, en la cual no se añade disolvente o, como máximo, 100% en peso de disolvente con relación al peso de la quinta fracción, a la quinta fracción antes de la cristalización del paso (c₁) del método, para preparar una séptima fracción que contenga cera ligera desaceitada que tiene un contenido de aceite de 5% en peso como máximo y una viscosidad cinemática de, como máximo, 7 cSt a 100 °C y una octava fracción que contenga cera blanda ligera con un contenido de aceite superior a 5% en peso y una viscosidad cinemática de, como máximo, 7 cSt a 100 °C.

En esta realización se prefiere particularmente que el método comprenda además un paso (c₂) del método de hacer circular al menos una parte de la octava fracción a la segunda subetapa de cristalización en suspensión del paso (b₂) del método de la primera etapa de cristalización. Como alternativa, o además de ello, la circulación de al menos una parte de la octava fracción puede efectuarse hacia la primera subetapa de cristalización del paso (b₂) del método de la primera etapa de cristalización y/o hacia la etapa de prefraccionamiento de paso (a) del método.

Se prefieren las realizaciones mencionadas anteriormente, ya que la combinación de las dos subetapas de descerado basadas en disolvente conforme a los pasos (b₁) y (b₂) del método y aguas abajo en el mismo de una etapa de desaceitado al menos esencialmente libre de disolvente conforme al paso (c) del método (es decir, en la cual no se añade disolvente o, como máximo, se añade 100% en peso de disolvente con relación al peso de la quinta fracción de cera residual) llevada a cabo en al menos una subetapa de cristalización con la cera residual obtenida en la subetapa de descerado conforme al paso (b₂) del método, conduce a una fracción de aceite muy puro y una fracción de cera muy pura en un método comparativamente simple y energéticamente eficiente, con un

rendimiento sorprendentemente elevado, en particular cuando al menos una parte de la cera blanda ligera obtenida en el desaceitado realizado durante la segunda etapa de cristalización conforme al paso (c) del método se recircula de vuelta al descerado realizado durante la segunda subetapa de cristalización de la primera etapa de cristalización conforme al paso (b₂) del método. Durante el descerado del paso (b₂) del método, la fracción de cera cristaliza y es separada de la mezcla líquida de disolvente y aceite. La fracción de cera obtenida durante el descerado del paso (b₂) del método contiene a menudo cantidades significativas de disolvente, por ejemplo típicamente de 30 a 70% en peso de la fracción de cera. Un experto en la materia entenderá que generalmente se prefiere eliminar este disolvente de la fracción de cera para simplificar el tratamiento ulterior y minimizar cualquier problema medioambiental, de salud y de seguridad. A continuación, se somete la fracción de cera al desaceitado, libre de disolvente o al menos esencialmente libre de disolvente, del paso (c) del método, en el cual cristaliza como séptima fracción, y se obtiene así como segundo producto, una fracción de cera desaceitada, rica en cera y casi libre de disolvente. La fracción de cera que no cristaliza y la octava fracción de cera blanda ligera resudada son enviadas al menos parcialmente, y preferiblemente en su mayoría, al descerado del paso (b₂) del método, con el fin de incrementar así el rendimiento total del proceso, sorprendentemente sin afectar negativamente a la calidad de los dos productos. Ventajosamente, el método según la presente invención requiere solo cantidades comparativamente bajas de disolvente basadas en la cantidad total de cera desaceitada producida. Una ventaja particular adicional de este procedimiento reside en que es adecuado, en particular, para fraccionar aceite bruto que incluya hasta 50% en peso de ceras que tienen una longitud de cadena de carbono comparativamente larga, basado en el peso total de las ceras. En conjunto, el método según la presente invención da como resultado un alto rendimiento de una fracción de aceite y una fracción de cera, teniendo ambas fracciones una excelente pureza.

La expresión "cera desaceitada" se define, según la presente invención, como cera que tiene un contenido de aceite de 5% en peso como máximo, mientras que la expresión "cera blanda ligera" se define según la presente invención como cera que tiene un contenido de aceite superior a 5% en peso y típicamente de 20 a 30% en peso.

En particular, cuando la mezcla bruta contiene una parte importante de cera que tiene una cadena de carbono muy larga o que tiene una gran cantidad de material (con ramificación) tipo iso –incluso de longitud de cadena corta–, lo que da como resultado una menor viscosidad, pero que en cualquier caso no es adecuada para procedimientos sin disolvente, se prefiere que –como alternativa a los pasos (c₁) y (c₂) arriba mencionados o además de los pasos (c₁) y (c₂) arriba mencionados– el método según la presente invención comprenda además (d) llevar a cabo una tercera etapa de cristalización que comprenda un paso (d₁) del método de llevar a cabo al menos una subetapa de cristalización con al menos una parte de la quinta fracción obtenida en el paso (c) del método, en donde a la quinta fracción se añade, antes de la cristalización en el paso (d₁) del método, más de 100% en peso de disolvente con relación al peso de la quinta fracción, para preparar una novena fracción que contenga cera pesada desaceitada con un contenido de aceite de 5% en peso como máximo y una viscosidad cinemática superior a 7 cSt a 100 °C y una décima fracción que contenga cera blanda pesada con un contenido de aceite superior a 5% en peso y una viscosidad cinemática superior a 7 cSt a 100 °C.

Por facilidad de nomenclatura, a la opcional tercera etapa de cristalización se la denomina en la presente memoria tercera etapa de cristalización, con independencia de si se realiza o no la opcional segunda etapa de cristalización del paso (c) del método. Por lo tanto, en caso de que no se realice el paso (c) del método, pero se realice el paso (d) del método, a esta se la sigue denominando tercera etapa de cristalización, incluso aunque de hecho sea la segunda etapa de cristalización después de la etapa de prefraccionamiento. Lo mismo rige para la denominación de las fracciones novena y décima.

En principio, se puede usar como mezcla de partida del método según la presente invención cualquier mezcla bruta que incluya al menos un aceite y al menos una cera. Se obtienen resultados particularmente buenos cuando la mezcla bruta comprende aceite como ingrediente principal. Preferiblemente, la mezcla bruta incluye de 60 a 99% en peso de aceite y de 1 a 40% en peso de cera, más preferiblemente de 75 a 95% en peso de aceite y de 5 a 25% en peso de cera y lo más preferiblemente de 78 a 95% en peso de aceite y de 5 a 22% en peso de cera.

Sin embargo, el método según la presente invención también se puede llevar a cabo con una mezcla bruta que tenga una calidad muy deficiente. En esta realización, la mezcla bruta incluye preferiblemente de 5 a 50% en peso de aceite y de 50 a 95% en peso de cera, más preferiblemente de 10 a 40% en peso de aceite y de 60 a 90% en peso de cera y lo más preferiblemente de 15 a 35% en peso de aceite y de 65 a 85% en peso de cera.

Como se ha indicado más arriba, el método según la presente invención es particularmente adecuado para tratar mezclas brutas de aceite que incluyan exclusivamente cera ligera como componente de cera, para tratar mezclas brutas de aceite que incluyan exclusivamente cera pesada como componente de cera y para tratar mezclas brutas de aceite que incluyan una mezcla de cera ligera y cera pesada.

Por ejemplo, la mezcla bruta puede incluir, basado en el peso total de cera, al menos 50% en peso, más preferiblemente al menos 70% en peso, incluso más preferiblemente al menos 80% en peso, aún más preferiblemente al menos 90% en peso y lo más preferiblemente 100% en peso de cera ligera que tenga una viscosidad a 100 °C de, como máximo, 7 cSt.

En particular, el método según la presente invención es particularmente adecuado para fraccionar un corte de aceite

con contenido de cera, obtenido de una etapa de destilación en una columna de destilación como mezcla bruta. El corte puede haber sido tratado mediante una extracción líquido-líquido para eliminar o disminuir los componentes aromáticos involucrados en la mezcla bruta. Con concentraciones más bajas de aromáticos, también constituye una opción un proceso de hidratación. Aparte de eso, se pueden usar como mezcla bruta todos los aceites conocidos, en particular aceites minerales, aceites vegetales y aceites sintéticos, preparados, por ejemplo, mediante la síntesis de Fischer-Tropsch, que estén contaminados con cera.

En cualquiera de los pasos (a) y (c₁) del método, del método según la presente invención, se puede mezclar la mezcla bruta, si fuera el caso, con un volumen apropiado de un disolvente, que sea capaz de disolver de manera eficaz el componente de aceite de la mezcla bruta a la temperatura de trabajo de estos pasos del método. A este respecto, se logran en particular buenos resultados cuando se selecciona el disolvente del grupo consistente en metiletilcetona, metilisobutilcetona, acetona, benceno, tolueno, dicloroetano, dicloruro de metileno, metanol, metil(terc.-butil)éter, N-metilpirrolidona y mezclas de dos o más de los disolventes arriba mencionados.

En un desarrollo adicional de la idea de la presente invención, se propone emplear como disolvente en los pasos (a) y (c₁) del método una mezcla de metiletilcetona y tolueno o una mezcla de dicloroetano y dicloruro de metileno. Estas mezclas de disolventes disuelven de manera particularmente eficaz el aceite, en particular a la temperatura a la cual se cristaliza el componente de cera en el cristizador durante estos últimos pasos (b₁) y (c₁) del método.

Los disolventes arriba mencionados también son los disolventes preferidos a utilizar en el opcional paso (d₁) del método.

Preferiblemente, las subetapas de cristalización en los pasos (b₁) y (b₂) del método de la primera etapa de cristalización se llevan a cabo de manera que la tercera fracción que contiene aceite descerado obtenida en el paso (b₁) del método comprende menos de 5% en peso, preferiblemente menos de 3% en peso, más preferiblemente menos de 2% en peso, incluso más preferiblemente menos de 1% en peso y lo más preferiblemente menos de 0,5% en peso de cera y/o de manera que la quinta fracción que contiene cera residual, obtenida después del paso (b₂) del método, comprende menos de 30% en peso, preferiblemente menos de 15% en peso, más preferiblemente menos de 12% en peso e incluso más preferiblemente menos de 10% en peso de aceite. Mientras que en la primera subetapa de cristalización en suspensión del paso (b₁) del método se separa, dependiendo de la composición de la mezcla bruta, al menos 65% en peso o incluso al menos 75% en peso del aceite de la mezcla bruta, en la segunda subetapa de cristalización del paso (b₂) del método se separa al menos 80% en peso del aceite restante después de la primera subetapa de cristalización en suspensión, de forma que la fracción de aceite después de la segunda subetapa de cristalización de la primera etapa de cristalización contiene menos de 1% en peso de cera y en particular menos de 0,5% en peso de cera.

Además, se prefiere que las subetapas de cristalización de los pasos (b₁) y (b₂) del método de la primera etapa de cristalización se lleven a cabo de manera que la fracción de cera residual obtenida después del paso (b₂) del método comprenda menos de 30% en peso, preferiblemente menos de 15% en peso, más preferiblemente menos de 12% en peso e incluso más preferiblemente menos de 10% en peso de aceite.

Después de los pasos (b₁) y (b₂) del método, se pueden tratar adicionalmente las mezclas de aceite y disolvente obtenidas de las fracciones tercera y sexta, para eliminar el disolvente. La eliminación del disolvente se puede efectuar mediante cualquier técnica conocida por una persona experto en la técnica, por ejemplo por evaporación o separación por membrana, a fin de obtener una fracción de aceite puro como primer producto del método según la presente invención. La fracción de aceite final tiene preferiblemente una concentración de aceite de al menos 99% en peso y más preferiblemente de más de 99,5% en peso.

Como se ha indicado más arriba, el método según la presente invención es particularmente adecuado para tratar mezclas brutas que incluyan exclusivamente cera ligera como componente de cera, adecuado para tratar mezclas brutas que incluyan exclusivamente cera pesada como componente de cera, y adecuado para tratar mezclas brutas que incluyan cera ligera y también cera pesada como componente de cera. Por ejemplo, se puede emplear una mezcla bruta que incluya, basado en el peso total de la cera incluida en la mezcla bruta, 50% en peso de una cera ligera que tenga una viscosidad a 100 °C de 7 cSt, como máximo, y hasta 50% en peso de una cera pesada que tenga una viscosidad a 100 °C superior a 7 cSt. Si la mezcla bruta incluye exclusivamente cera ligera como componente de cera, el desaceitado durante el paso (c₁) del método se realiza preferiblemente sin disolvente, es decir, sin añadir ningún disolvente a la cera residual obtenida en el paso (b₁) del método. Sin embargo, si la mezcla bruta comprende una mezcla de cera ligera y cera pesada, dependiendo de la formulación exacta de la cera residual, se puede añadir a la cera residual una pequeña cantidad de un disolvente, con el fin de mejorar la eficacia del desaceitado durante el paso (c₁) del método. Si se añade disolvente, para el paso (c₁) de desaceitado del método se añade el disolvente en una cantidad tal que el contenido de disolvente de la mezcla de cera residual introducida en la etapa de cristalización del paso (c₁) del método es, con relación al peso de la quinta fracción, 100% en peso como máximo, preferiblemente 80% en peso como máximo, más preferiblemente 50% en peso como máximo e incluso más preferiblemente 20% en peso como máximo.

Para el desaceitado durante el paso (d₁) del método, se añade el disolvente en una cantidad tal que el contenido de disolvente de la mezcla de cera residual introducida en la etapa de cristalización del paso (d₁) es, con relación al

peso de la quinta fracción, al menos 100% en peso, preferiblemente al menos 200% en peso y más preferiblemente al menos 500% en peso.

Como se ha expuesto más arriba, lo más preferiblemente no se añade ningún disolvente a la fracción de cera residual obtenida en el paso (b₂) del método antes de la cristalización en el paso (c₁) del método.

- 5 Opcionalmente, en caso necesario se puede calentar la fracción de cera residual a una temperatura superior a 37 °C, preferiblemente a una temperatura entre 40 y 70 °C, antes de introducirla en la al menos una subetapa de cristalización de la tercera etapa de cristalización del paso (d₁) del método, con el fin de derretir los cristales de cera. Lo mismo es válido para la segunda etapa de cristalización del paso (c₁) del método.

10 Según una realización preferida particular de la presente invención, la segunda etapa de cristalización del paso (c) del método es una etapa de cristalización en capa y preferiblemente una etapa de cristalización estática. Así pues, preferiblemente la segunda etapa de cristalización comprende al menos una subetapa de cristalización en capa, preferiblemente una subetapa de cristalización estática. Esto se debe al hecho de que la cristalización estática permite cristalizar eficazmente cera desaceitada y separar eficazmente cristales de cera desaceitada con respecto al
15 aceite que contiene fracción de cera blanda. En contraste con, por ejemplo, la cristalización dinámica, la cristalización estática es adecuada para cristalizar líquidos de viscosidad comparativamente alta, tales como mezclas de cera residual sin disolvente. Además, la cristalización estática tiene la ventaja de una elevada flexibilidad, amplio rango de operación, fácil ejecución debido a que no hay manejo de lodos de cristales ni filtración, gran fiabilidad y bajos costes de funcionamiento debido a la ausencia de partes móviles. En un cristizador estático se llena el cristizador con masa fundida, que entra en contacto con placas de cristalización enfriadas que cuelgan
20 en dirección vertical en el cristizador. Una característica esencial de la cristalización estática es que no se remueve la masa fundida ni se agita de cualquier otra manera durante la cristalización.

Para mejorar el efecto de separación y su eficacia, después de toda subetapa de cristalización estática, cuando se retiran del cristizador estático las aguas madres se pueden purificar aún más por resudación las capas de cristales depositadas sobre las placas enfriadas, es decir, fundiendo parcialmente los cristales al calentar suavemente los
25 cristales cerca de su punto de fusión. Esto hace que se eliminen de los cristales impurezas atrapadas y adheridas a las capas de cristales.

En principio, en la segunda etapa de cristalización del paso (c) del método solamente se puede realizar una subetapa de cristalización en capa y preferiblemente subetapa de cristalización estática. Sin embargo, para aumentar el efecto de fraccionamiento entre el componente de cera ligera desaceitada y el componente de cera blanda ligera que contiene aceite, y su eficacia, en un desarrollo adicional de la idea de la presente invención se propone realizar en la segunda etapa de cristalización de paso (c) del método de una a cinco, más preferiblemente
30 de una a tres y aún más preferiblemente una o dos subetapas de cristalización, preferiblemente subetapas de cristalización estática, y lo más preferiblemente una o dos subetapas de cristalización estática.

Si se realiza la tercera etapa de cristalización según el paso (d) del método, según una realización preferida adicional de la presente invención el paso (d) del método es una etapa de cristalización en suspensión. Así, preferiblemente, la tercera etapa de cristalización comprende al menos una subetapa de cristalización en suspensión, preferiblemente una subetapa de cristalización con raspador. En principio, en el paso (d) del método solamente se puede realizar una subetapa de cristalización en suspensión y preferiblemente una subetapa de
35 cristalización con raspador. Sin embargo, para aumentar el efecto de fraccionamiento entre la cera pesada desaceitada y la cera blanda pesada, y su eficacia, en un desarrollo adicional de la idea de la presente invención se propone realizar en el paso (d) del método de dos a cinco, más preferiblemente de dos a cuatro y aún más preferiblemente tres subetapas de cristalización en suspensión, preferiblemente subetapas de cristalización con raspador, y lo más preferiblemente tres subetapas de cristalización en suspensión.

45 Preferiblemente, la segunda y tercera etapas de cristalización se llevan a cabo de manera que la séptima fracción de cera ligera desaceitada y/o la novena fracción de cera pesada desaceitada, obtenidas respectivamente después de la última subetapa de cristalización en los pasos (c₁) y/o (d₁) del método, comprenden menos de 5% en peso, preferiblemente menos de 1% en peso, más preferiblemente menos de 0,5% en peso y lo más preferiblemente menos de 0,1% en peso de aceite. Cuantas más subetapas de cristalización se realicen, menor será la concentración de aceite en la fracción de cera desaceitada obtenida después de la subetapa de cristalización final
50 y/o mayor será el rendimiento de cera desaceitada en los pasos (c₁) y/o (d₁) del método; sin embargo, son mayores los costes de energía y más complejo es el equipo de cristalización requerido. Por esta causa, se obtiene un buen compromiso entre ambas tendencias al realizar en el paso (c₁) del método tres subetapas de cristalización estática y/o en el paso (d₁) del método tres subetapas de cristalización en suspensión. Mientras que en la primera subetapa de cristalización en suspensión según el paso (b₁) del método de la primera etapa de cristalización, dependiendo de la composición de la mezcla bruta, se separa al menos 70% en peso del aceite incluido, en la segunda subetapa (b₂) de cristalización de la primera etapa de cristalización se separa al menos 99% en peso del aceite restante, de forma que la fracción de cera desaceitada contiene tras la segunda subetapa (b₂) de cristalización de la primera etapa de cristalización menos de 1% en peso de cera, en particular, menos de 0,5% en peso de aceite o incluso menos de
55 0,1% en peso de aceite. Por el contrario, la octava fracción de cera blanda ligera y/o la décima fracción de cera blanda pesada contienen respectivamente más de 5% en peso, típicamente más de 7,5% en peso, incluso más
60

típicamente más de 10% en peso y en particular de 20 a 30% en peso de aceite.

5 En la circulación según el paso (c_2) del método, preferiblemente al menos una parte de la octava fracción de cera blanda ligera es enviada de vuelta al descerado según el paso (b_2) del método, con el fin de aumentar el rendimiento del proceso, sorprendentemente sin afectar negativamente a la pureza de los dos productos obtenidos, en concreto la fracción de aceite descerado y la fracción de cera desaceitada. Se obtienen en particular buenos resultados a este respecto, cuando en el paso (c_2) se hacen circular hacia la segunda subetapa de cristalización del paso (b_2) de 10 a 100%, más preferiblemente de 20 a 90% y más preferiblemente de 40 a 80% de la octava fracción de cera blanda ligera.

10 Además, la presente invención se refiere a una instalación para fraccionar una mezcla bruta que comprende al menos un aceite y al menos una cera, en particular para llevar a cabo un método como se ha descrito en lo que antecede, en donde la instalación comprende:

- i) una fuente de una mezcla bruta,
- 15 ii) una etapa de prefraccionamiento que comprende al menos una subetapa de cristalización en capa que comprende al menos un cristizador en capa y
- 20 iii) una primera etapa de cristalización que comprende una primera subetapa de cristalización en suspensión, aguas arriba, que comprende al menos un cristizador en suspensión, y al menos una segunda subetapa de cristalización en suspensión, aguas abajo, que comprende al menos un cristizador en suspensión,

25 en donde la instalación comprende además una línea de alimentación para alimentar la mezcla bruta a una entrada de la subetapa de cristalización en capa de la etapa de prefraccionamiento, una primera línea de conexión que conecta una salida de la subetapa de cristalización en capa de la etapa de prefraccionamiento y una entrada de la primera subetapa de cristalización en suspensión de la primera etapa de cristalización y una segunda línea de conexión que conecta otra salida de la subetapa de cristalización en capa de la etapa de prefraccionamiento y una entrada de la segunda subetapa de cristalización en suspensión de la primera etapa de cristalización.

30 En realizaciones típicas de la instalación, la fuente de la mezcla bruta es un tanque o tanques de almacenamiento o de almacenamiento intermedio, preferiblemente llenos con la mezcla bruta a fraccionar. En varias realizaciones preferidas de la instalación, el o los tanques están en conexión fluidica con una o varias unidades de tratamiento de aceite o cera, por ejemplo unidades de extracción y/o destilación. En una realización específica, la unidad de tratamiento de aceite o cera es parte de una refinería petroquímica. En otras realizaciones menos preferidas de la instalación, el o los tanques están en comunicación fluidica indirecta con las unidades de tratamiento de aceite o de cera mediante recipientes de transporte intermedios, tales como un buque petrolero o una cisterna de ferrocarril o de camión.

35 En una realización preferida adicional de la presente invención, la instalación comprende, además:

- 40 iv) una segunda etapa de cristalización que comprende al menos una subetapa de cristalización en capa, preferiblemente subetapa de cristalización estática, y/o
- v) una tercera etapa de cristalización que comprende al menos una subetapa de cristalización en suspensión.

Además, se prefiere que la segunda etapa de cristalización de la instalación comprenda de una a treinta, preferiblemente de dos a diez y más preferiblemente de dos a cinco subetapas de cristalización en capa, preferiblemente subetapas de cristalización estática.

45 Si se requiere, la primera etapa de cristalización de la instalación puede comprender una línea para alimentar disolvente a la al menos una subetapa de cristalización en suspensión.

Si se requiere, la segunda etapa de cristalización de la instalación puede comprender una línea para alimentar disolvente a la al menos una subetapa de cristalización en capa.

50 Según una realización adicional de la presente invención, la subetapa de cristalización en capa de la etapa de prefraccionamiento comprende al menos un cristizador estático, en donde la instalación comprende, además:

- iv) una segunda etapa de cristalización que comprende al menos una subetapa de cristalización en capa, preferiblemente subetapa de cristalización estática,
- 55 v) una tercera etapa de cristalización que comprende al menos una subetapa de cristalización en suspensión y
- vi) una línea de circulación que conecta una salida de la al menos una subetapa de cristalización en capa de la segunda etapa de cristalización y una entrada de la segunda subetapa de cristalización en suspensión de la primera etapa de cristalización, en donde la línea de circulación está adaptada para devolver al menos una

parte de la octava fracción a la segunda subetapa de cristalización en suspensión de la primera etapa de cristalización.

Preferiblemente, para la subetapa de cristalización en suspensión se utiliza un cristizador con raspador.

5 Además, se prefiere que la segunda etapa de cristalización comprenda de una a treinta, preferiblemente de dos a diez y más preferiblemente de dos a cinco subetapas de cristalización en capa y la tercera etapa de cristalización comprenda de una a treinta, preferiblemente de dos a diez y más preferiblemente de dos a cinco subetapas de cristalización en suspensión.

Se describen ahora realizaciones específicas según la presente invención, haciendo referencia a los dibujos adjuntos, en donde

10 la Figura 1 muestra esquemáticamente una primera realización de una instalación para llevar a cabo el método para fraccionar una mezcla bruta que comprende al menos un aceite y al menos una cera según una realización de la presente invención.

15 la Figura 2 muestra esquemáticamente una segunda realización de una instalación para llevar a cabo el método para fraccionar una mezcla bruta que comprende al menos un aceite y al menos una cera según una realización de la presente invención.

20 La Figura 1 muestra una instalación 1 para llevar a cabo el método para fraccionar una mezcla bruta que comprende al menos un aceite y al menos una cera según una realización de la presente invención. La instalación 1 incluye una etapa 2 de prefraccionamiento, que comprende una subetapa 3 de cristalización en capa, preferiblemente subetapa 3 de cristalización estática, que está en comunicación fluidica con una línea 4 de entrada para la mezcla bruta y una línea 5 de entrada para disolvente. Además, la subetapa 3 de cristalización estática comprende dos líneas de salida o de eliminación, respectivamente, a saber, una línea 6 de eliminación para la primera fracción (aceite con bajo contenido de cera) y una línea 7 de retirada para la segunda fracción (cera con bajo contenido de aceite). En la realización mostrada, la etapa 2 de prefraccionamiento comprende una subetapa 3 de cristalización en capa, que comprende un cristizador. Sin embargo, en otras realizaciones, la subetapa 3 de cristalización en capa puede comprender más de un cristizador, por ejemplo de cuatro a diez cristizadores, que estén dispuestos en paralelo entre sí para aumentar la capacidad de la subetapa 3 de cristalización en capa. También es posible que la etapa 2 de prefraccionamiento comprenda, en otras realizaciones, más de una subetapa 3 de cristalización en capa, por ejemplo de dos a cuatro subetapas de cristalización en capa, que estén dispuestas en serie entre sí.

25 Además de la etapa 2 de prefraccionamiento, la instalación 1 incluye una primera etapa 12 de cristalización que comprende dos subetapas 14, 14' de cristalización en suspensión, que están en comunicación fluidica entre sí a través de la línea 16. Cada una de las dos subetapas 14, 14' de cristalización en suspensión puede comprender un cristizador o más de un cristizador, que estén dispuestos en paralelo entre sí para aumentar la capacidad de las subetapas 14, 14' de cristalización. Mientras que la primera subetapa 14 de cristalización en suspensión comprende como línea de eliminación para la cuarta fracción la línea 16, la segunda subetapa 14' de cristalización en suspensión comprende una línea 18 de eliminación de cera residual para la quinta fracción.

30 Aguas abajo de la primera subetapa 14 de cristalización en suspensión está dispuesto un evaporador 20, que está conectado con la primera subetapa 14 de cristalización en suspensión a través de la línea 22. El evaporador 20 comprende una línea 24 de eliminación de disolvente, así como una línea 26 de eliminación para la tercera fracción de aceite descerado. Desde la segunda subetapa 14' de cristalización en suspensión, una línea 23 de retorno conduce a la línea 6 aguas arriba de la primera subetapa 14 de cristalización en suspensión, para devolver la sexta fracción obtenida en la segunda subetapa 14' de cristalización en suspensión a la primera subetapa 14 de cristalización en suspensión.

35 La entrada de la primera subetapa 14 de cristalización en suspensión está en comunicación fluidica con la línea 6 para alimentar la primera fracción obtenida en la etapa 2 de prefraccionamiento a la primera subetapa 14 de cristalización en suspensión, estando la línea 6 de alimentación en comunicación fluidica con una línea 32 de entrada para disolvente y con la línea 23 de retorno para la sexta fracción.

40 La entrada de la segunda subetapa 14' de cristalización en suspensión está en comunicación fluidica con la línea 16 de eliminación para la cuarta fracción, que está en comunicación fluidica con una línea 30 de entrada para mezcla bruta, una línea 32' de entrada para disolvente y la línea 34 de circulación.

45 Cabe señalar que la línea 30 de entrada de alimentación bruta y las líneas 31, 31' de entrada de cera residual descritas a continuación son opcionales, y es preferible, en caso de ser posible, alimentar corrientes que tengan un mayor contenido de cera y menor contenido de aceite a subetapas de cristalización situadas progresivamente aguas abajo en la instalación 1.

50 Aguas abajo de la segunda subetapa 14' de cristalización en suspensión está dispuesto un segundo evaporador 20', que está conectado con la subetapa 14' de cristalización en suspensión a través de la línea 18 de eliminación de cera residual. El evaporador 20' comprende una línea 24' de eliminación de disolvente y también una línea 50 de

eliminación de cera residual, para eliminar la fracción obtenida después de evaporar el disolvente de la quinta fracción en el evaporador 20' de la primera etapa 12 de cristalización.

Además, la instalación 1 comprende una segunda etapa 36 de cristalización que comprende una subetapa 38 de cristalización en capa, preferiblemente subetapa 38 de cristalización estática, que está en conexión fluidica con la línea 50 de eliminación de cera residual. Se proporciona una línea 48 de entrada de disolvente adicional, que conduce a la línea 50 y permite añadir disolvente a la fracción rica en cera residual conducida a la subetapa 38 de cristalización en capa, preferiblemente subetapa 38 de cristalización estática, de la segunda etapa 36 de cristalización. Además, se proporciona otra línea 31 de entrada de cera residual que conduce a la línea 50 y permite añadir cera residual que tiene un contenido de aceite razonablemente más bajo que las corrientes de mezcla bruta agregadas a través de la línea 30 precedente, a la fracción rica en cera residual que conduce a la subetapa 38 de cristalización en capa, preferiblemente subetapa de cristalización estática, de la segunda etapa 36 de cristalización. En la subetapa 38 de cristalización en capa, la cera ligera desaceitada, exenta de aceite o al menos esencialmente exenta de aceite, cristaliza como séptima fracción, mientras que la cera blanda ligera rica en aceite como octava fracción permanece líquida o se vuelve líquida por resudación de la fracción cristalizada. Por esta causa, la subetapa 38 de cristalización estática comprende una línea 40 de eliminación de cera ligera desaceitada y una línea 52 de eliminación de cera blanda ligera. La subetapa 38 de cristalización en capa puede comprender un cristizador o más de un cristizador, que estén dispuestos en paralelo entre sí para incrementar la capacidad de la subetapa 38 de cristalización en capa. La línea 52 de eliminación de cera blanda suave de la subetapa 38 de cristalización en capa se divide en una línea 46 de eliminación de cera blanda y la línea 34 de circulación, que conduce a la línea 16 de eliminación para la cuarta fracción. Opcionalmente, como se muestra con las líneas 34 de puntos, la línea 34 de circulación puede llevar a la línea 6 de eliminación para la primera fracción de la primera etapa 12 de cristalización y/o a la línea 4 de entrada para la mezcla bruta de la etapa 2 de prefraccionamiento.

Además, la instalación 1 comprende una tercera etapa 43 de cristalización que comprende una subetapa 14" de cristalización en suspensión, que está en conexión fluida con la línea 18 de eliminación de cera residual a través de la línea 18'. Se proporciona una línea 32" de entrada de disolvente que permite añadir disolvente a la fracción rica en cera residual que conduce a la subetapa 14" de cristalización en suspensión de la tercera etapa 43 de cristalización. La subetapa 14" de cristalización en suspensión puede comprender un cristizador o más de un cristizador, que estén dispuestos en paralelo entre sí con el fin de aumentar la capacidad de la subetapa 14" de cristalización. Aguas abajo de la subetapa 14" de cristalización en suspensión está dispuesto un evaporador 20" que está conectado con la subetapa 14" de cristalización en suspensión a través de la línea 22'. El evaporador 20" comprende una línea 24" de eliminación de disolvente, así como una línea 41 de eliminación para la novena fracción purificada de cera pesada desaceitada. Desde la subetapa 14" de cristalización en suspensión, una línea 34' de circulación conduce a la línea 16 aguas arriba de la segunda subetapa 14' de cristalización en suspensión de la primera etapa 12 de cristalización, para devolver la décima fracción obtenida en la subetapa 14" de cristalización en suspensión de la tercera etapa 43 de cristalización a la segunda subetapa 14' de cristalización en suspensión de la primera etapa 12 de cristalización. De la línea 34' de circulación diverge una línea 47 de eliminación de cera blanda pesada.

Durante el funcionamiento, se alimenta a través de la línea 4 de entrada una mezcla bruta que comprende al menos un aceite y al menos una cera, y también se alimenta disolvente a través de la línea 5 de disolvente al cristizador en capa de la subetapa 3 de cristalización en capa de la etapa 2 de prefraccionamiento, en donde como máximo se añade 100% en peso de disolvente con relación al peso de la mezcla bruta. En el cristizador en capa de la subetapa 3 de cristalización en capa de la etapa 2 de prefraccionamiento, cristaliza una parte importante de la cera sobre la superficie enfriada raspada del cristizador y se elimina como segunda fracción o fracción de cera con bajo contenido de aceite, respectivamente desde el cristizador en capa de la subetapa 3 de cristalización en capa de la etapa 2 de prefraccionamiento a través de la línea 7 de eliminación, mientras que el aceite con bajo contenido de cera que no cristaliza es retirado como primera fracción desde el cristizador en capa de la subetapa 3 de cristalización en capa de la etapa 2 de prefraccionamiento a través de la línea 6 de eliminación. Preferiblemente, la cristalización en el cristizador en capa de la subetapa 3 de cristalización en capa de la etapa 2 de prefraccionamiento se lleva a cabo de manera que la primera fracción de aceite con bajo contenido de cera, o respectivamente la primera fracción, obtenida después de la cristalización, comprenda como máximo 50% en peso del contenido de cera de la mezcla bruta.

La primera fracción de aceite con bajo contenido de cera y el disolvente introducido a través de la línea 32 son alimentados a través de la línea 6 al cristizador de la primera subetapa 14 de cristalización en suspensión de la primera etapa 12 de cristalización. Mientras que en la superficie fría raspada del cristizador de la primera subetapa 14 de cristalización en suspensión de la primera etapa 12 de cristalización cristaliza una fracción rica en disolvente y cera como cuarta fracción, la fracción rica en disolvente y aceite que no cristaliza es extraída del cristizador de la primera subetapa 14 de cristalización en suspensión de la primera etapa 12 de cristalización a través de la línea 22 como fracción de aceite descerado, y es alimentada al evaporador 20. En el evaporador 20 se calienta la mezcla para evaporar el disolvente incluido en la fracción de aceite descerado, retirando a través de la línea 24 de eliminación de disolvente el disolvente separado y retirando a través de la línea 26 de eliminación de producto aceite la fracción de aceite exento de disolvente con un contenido de aceite superior al 99,5% en peso.

La cuarta fracción rica en disolvente y cera que incluye la cera cristalizada se funde al menos parcialmente y se elimina a través de la línea 16 de eliminación de la cuarta fracción desde el cristizador de la primera subetapa 14

de cristalización en suspensión de la primera etapa 12 de cristalización. La cuarta fracción a través de la línea 16 de eliminación, el disolvente a través de la línea 32', la mezcla bruta a través de la línea 30, la parte de la octava fracción de cera blanda ligera, recirculada a través de la línea 34, y la segunda fracción de cera con bajo contenido de aceite, a través de la línea 7, son todas ellas alimentadas juntas al cristalizador de la segunda subetapa 14' de cristalización en suspensión de la primera etapa 12 de cristalización. De nuevo, en la superficie enfriada raspada del cristalizador de la segunda subetapa 14' de cristalización en suspensión cristaliza como quinta fracción una fracción rica en disolvente y cera, mientras que la fracción rica en disolvente y aceite que no cristaliza es retirada desde el cristalizador de la segunda subetapa 14' de cristalización en suspensión y es recirculada a través de la línea 23 a la línea 6 aguas arriba de la primera subetapa 14 de cristalización en suspensión de la primera etapa 12 de cristalización.

La fracción rica en disolvente y cera que incluye toda la cera cristalizada es fundida al menos parcialmente y es extraída del cristalizador del segundo cristalizador 14' en suspensión de la primera etapa 12 de cristalización como quinta fracción a través de la línea 18 de eliminación de cera residual.

Se introduce una parte de la quinta fracción en el evaporador 20'. En el evaporador 20' se calienta la mezcla para evaporar el disolvente incluido en la fracción rica en disolvente y cera, retirándose a través de la línea 24' de eliminación de disolvente el disolvente separado y retirándose la fracción de cera prepurificada, denominada cera residual, a través de la línea 50 y siendo alimentada al cristalizador en capa de la subetapa 38 de cristalización en capa de la segunda etapa 36 de cristalización. Opcionalmente, a través de la línea 48 de entrada de disolvente adicional, se puede añadir como máximo 100% de disolvente a la fracción rica en cera residual que conduce al cristalizador de la subetapa 38 de cristalización en capa de la segunda etapa 36 de cristalización. Además, opcionalmente a través de la línea 31 de entrada de cera residual adicional, se puede añadir cera residual que tiene un contenido de aceite razonablemente inferior al de las corrientes de mezcla bruta añadidas a través de la línea 30 precedente, a la fracción rica en cera residual conducida al cristalizador de la subetapa 38 de cristalización en capa de la segunda etapa 36 de cristalización. En la subetapa 38 de cristalización en capa cristaliza como séptima fracción cera ligera desaceitada exenta de aceite o al menos esencialmente exenta de aceite, mientras que permanece líquida, o se vuelve líquida por resudación de la fracción cristalizada, cera blanda ligera rica en aceite como octava fracción. De la subetapa 38 de cristalización en capa se retira a través de la línea 46 la octava fracción de cera blanda ligera rica en aceite, y en parte se extrae de la instalación 1 y en parte se hace circular, a través de la línea 34 de circulación, a la entrada de la segunda subetapa 14' de cristalización en suspensión de la primera etapa 12 de cristalización, mientras que la séptima fracción de cera ligera desaceitada, esencialmente exenta de aceite, es retirada de la instalación 1 a través de la línea 40.

La parte restante de la quinta fracción, que no es introducida en el evaporador 20', se introduce a través de la línea 18' junto con el disolvente introducido a través de la línea 32" en la subetapa 14" de cristalización en suspensión de la tercera etapa 43 de cristalización.

Además, opcionalmente a través de la línea 31' de entrada de cera residual adicional, se puede añadir cera residual a la parte restante de la quinta fracción conducida a la subetapa 14" de cristalización en suspensión de la tercera etapa 43 de cristalización. En la subetapa 14" de cristalización en suspensión, cristaliza como novena fracción cera pesada desaceitada exenta de aceite o al menos esencialmente exenta de aceite, mientras que permanecen líquidos como décima fracción o se vuelven líquidos por resudación de la fracción cristalizada, cera blanda pesada y disolvente, ricos en aceite. La décima fracción de cera blanda pesada rica en aceite se separa de la subetapa 14" de cristalización en suspensión de la tercera etapa 43 de cristalización, y se extrae parcialmente de la instalación 1 a través de la línea 47 y se hace circular parcialmente hacia la entrada de la segunda subetapa 14' de cristalización en suspensión de la primera etapa 12 de cristalización a través de la línea 34' de circulación, mientras que la novena fracción de cera pesada desaceitada, esencialmente exenta de aceite, es alimentada al evaporador 20". En el evaporador 20" se calienta la mezcla para evaporar el disolvente incluido en la fracción rica en disolvente y cera, retirándose a través de la línea 24" de eliminación de disolvente el disolvente separado, y retirándose de la instalación 1 la fracción novena purificada, de cera pesada desaceitada esencialmente exenta de aceite, a través de la línea 41. Se entiende por novena fracción purificada la novena fracción que ha sido purificada en el evaporador 20" por eliminación del disolvente.

La instalación 1 mostrada en la Figura 2 es similar a la que se muestra en la Figura 1, pero difiere de la instalación mostrada en la Figura 1 por comprender en la segunda etapa 36 de cristalización una segunda subetapa 38' de cristalización en capa y un segundo evaporador 20" y por comprender en la tercera etapa 43 de cristalización una segunda subetapa 14" de cristalización en suspensión.

Más específicamente, aguas abajo de la primera subetapa 38 de cristalización en capa de la segunda etapa 36 de cristalización, se proporciona una segunda subetapa 38' de cristalización en capa que está conectada con la primera subetapa 38 de cristalización en capa a través de la línea 40, con el fin de alimentar la séptima fracción de cera ligera desaceitada, obtenida en la primera subetapa 38 de cristalización en capa, a la segunda subetapa 38' de cristalización en capa, para purificar o desaceitar aún más, respectivamente, la fracción de cera ligera desaceitada. La fracción de cera ligera desaceitada aún más purificada es retirada de la segunda subetapa 38' de cristalización en capa a través de la línea 40' de eliminación, y es introducida en el evaporador 20", en cual se separa por evaporación el disolvente desde la cera ligera desaceitada. Mientras que la cera ligera desaceitada es extraída de la

5 instalación 1 a través de la línea 40" de eliminación, el disolvente se elimina del evaporador 20"" a través de la línea 24". La fracción de cera blanda ligera, que no cristaliza durante la segunda subetapa 38' de cristalización en capa, es extraída de la segunda subetapa 38' de cristalización en capa y hecha recircular a través de la línea 54 de circulación a la línea 50 que lleva a la primera subetapa 38 de cristalización en capa de la segunda etapa 36 de cristalización.

10 De manera análoga, aguas abajo de la primera subetapa 14" de cristalización en suspensión de la tercera etapa 43 de cristalización, se proporciona una segunda subetapa 14"" de cristalización en suspensión que está conectada con la primera subetapa 14" de cristalización en suspensión a través de la línea 22'. Además, se proporciona una entrada 32"" para disolvente, que conduce a la línea 22' y permite añadir disolvente a la fracción de cera pesada desaceitada transferida desde la primera subetapa 14" de cristalización en suspensión a la segunda subetapa 14"" de cristalización en suspensión de la tercera etapa 43 de cristalización. En la segunda subetapa 14"" de cristalización en suspensión, la cera pesada desaceitada al menos esencialmente exenta de aceite obtenida después de la primera subetapa 14" de cristalización en suspensión es desaceitada aún más, con lo que la cera pesada desaceitada exenta de aceite adicionalmente purificada cristaliza, mientras que la cera blanda pesada rica en aceite, que incluye disolvente o no, permanece líquida o se vuelve líquida por resudación de la fracción cristalizada.

15 La fracción de cera blanda pesada rica en aceite es retirada de la segunda subetapa 14"" de cristalización en suspensión de la tercera etapa 43 de cristalización, y es extraída parcialmente de la instalación 1 a través de la línea 47 y hecha circular parcialmente hacia la entrada de la primera subetapa 14" de cristalización en suspensión de la tercera etapa 43 de cristalización a través de la línea 56 de circulación, mientras que se alimenta al evaporador 20" la fracción de cera pesada desaceitada exenta de aceite purificada adicionalmente. En el evaporador 20" se calienta la mezcla para evaporar el disolvente incluido en la fracción rica en disolvente y cera, retirándose a través de la línea 24^{iv} de eliminación de disolvente el disolvente separado y extrayéndose de la instalación 1, a través de la línea 41, la fracción de cera pesada desaceitada exenta de aceite, purificada.

20

Lista de números de referencia

25	1	Instalación
	2	Etapas de prefraccionamiento
	3	Subetapa de cristalización en capa, preferiblemente subetapa de cristalización estática, como etapa de prefraccionamiento
	4	Línea de entrada para mezcla bruta de la etapa de prefraccionamiento
30	5	Línea de entrada para disolvente a la etapa de prefraccionamiento
	6	Línea de retirada para la primera fracción (aceite con bajo contenido de cera) y línea de alimentación para la primera fracción a la primera subetapa de cristalización en suspensión / Primera línea de conexión
35	7	Línea de eliminación para la segunda fracción (cera con bajo contenido de aceite) / Segunda línea de conexión
	12	Primera etapa de cristalización
	14, 14'	Primera y segunda subetapas de cristalización en suspensión de la primera etapa de cristalización
	14", 14""	Subetapas de cristalización en suspensión de la tercera etapa de cristalización
40	16	Línea de eliminación de cuarta fracción
	18, 18'	Línea de eliminación de cera residual desde la segunda subetapa de cristalización en suspensión
	20, 20', 20", 20""	Evaporador
	22, 22', 22"	Línea
45	23	Línea de retorno o de circulación para la sexta fracción
	24, 24', 24", 24"", 24 ^{iv}	Línea de eliminación de disolventes
	26	Línea de eliminación de producto de aceite descerado
	30	Línea de entrada para mezcla bruta
	31, 31'	Línea de entrada para cera residual

ES 2 726 714 T3

	32, 32', 32", 32'''	Línea de entrada para disolvente
	34, 34'	Línea de circulación
	36	Segunda etapa de cristalización
5	38, 38'	Subetapa de cristalización en capa, preferiblemente subetapa de cristalización estática, de la segunda etapa de cristalización
	40, 40', 40''	Línea de eliminación de cera ligera desaceitada (con o sin disolvente)
	41	Línea de eliminación de cera pesada desaceitada
	43	Tercera etapa de cristalización
	46	Línea de eliminación de cera blanda ligera (con o sin disolvente)
10	47	Línea de eliminación de cera blanda pesada (con o sin disolvente)
	48	Línea de entrada de disolvente adicional
	50	Línea de eliminación de cera residual de evaporador
	52	Línea para cera blanda ligera
	54	Línea de circulación a la segunda etapa de cristalización
15	56	Línea de circulación a la tercera etapa de cristalización

REIVINDICACIONES

1. Un método para fraccionar una mezcla bruta que comprende al menos un aceite y al menos una cera, que comprende los siguientes pasos del método:
- 5 (a) llevar a cabo una etapa (2) de prefraccionamiento como una cristalización en capa (i) con una mezcla bruta que comprende al menos un aceite y al menos una cera o (ii) con una mezcla con disolvente bruta obtenida al añadir, antes de la etapa (2) de prefraccionamiento, como máximo 100% en peso de disolvente con relación al peso de la mezcla bruta, para preparar una primera fracción que contiene aceite con bajo contenido de cera y una segunda fracción que contiene cera con bajo contenido de aceite,
- 10 (b) llevar a cabo una primera etapa (12) de cristalización que incluye (b₁) una primera subetapa (14) de cristalización en suspensión con la primera fracción que contiene aceite con bajo contenido de cera, para preparar una tercera fracción que contiene aceite descerado y una cuarta fracción, y (b₂) después de la primera subetapa (14) de cristalización en suspensión, una segunda subetapa (14') de cristalización en suspensión con una mezcla de la cuarta fracción obtenida en la etapa de prefraccionamiento del paso (b₁) del método y la segunda fracción que contiene cera con bajo contenido de aceite obtenida en el paso
- 15 (a) del método, para preparar una quinta fracción que contiene cera residual y una sexta fracción.
2. El método según la reivindicación 1, caracterizado por que la etapa (2) de prefraccionamiento comprende una o varias subetapas de cristalización en capa realizadas cada una con uno o varios cristalizadores estáticos.
3. El método según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que la cristalización en capa de la etapa (2) de prefraccionamiento del paso (a) del método se lleva a cabo de manera que la primera fracción obtenida tras la cristalización comprende como máximo 70% en peso, preferiblemente como máximo 60% en peso, más preferiblemente como máximo 55% en peso e incluso más preferiblemente como máximo 50% en peso del contenido de cera de la mezcla bruta.
- 20 4. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el método comprende además
- 25 (c) llevar a cabo una segunda etapa (36) de cristalización que comprende: (c₁) llevar a cabo al menos una subetapa (38, 38') de cristalización con al menos una parte de la quinta fracción obtenida en el paso (b₂) del método, en donde a la quinta fracción antes de la cristalización en el paso (c₁) del método no se añade disolvente o, como máximo, 100% en peso de disolvente con relación al peso de la quinta fracción, para preparar una séptima fracción que contiene cera ligera desaceitada que tiene un contenido de aceite de 5% en peso como máximo y tiene una viscosidad cinemática de 7 cSt como máximo, y una octava fracción que contiene cera blanda ligera que tiene un contenido de aceite superior a 5% en peso y una viscosidad cinemática de 7 cSt como máximo y
- 30 (c₂) opcionalmente hacer circular al menos una parte de la octava fracción a la segunda subetapa (14') de cristalización de la primera etapa (12) de cristalización del paso (b₂) del método.
- 35 5. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que el método comprende además
- (d) llevar a cabo una tercera etapa (43) de cristalización que comprende: (d₁) llevar a cabo al menos una subetapa (14", 14''') de cristalización con al menos una parte de la quinta fracción obtenida en el paso (b₂) del método, en donde a la quinta fracción antes de la cristalización en el paso (c₁) del método se añade más de 100% en peso de disolvente con relación al peso de la quinta fracción, para preparar una novena fracción que contiene cera pesada desaceitada que tiene un contenido de aceite de 5% en peso como máximo y una viscosidad cinemática superior a 7 cSt y una décima fracción que contiene cera blanda pesada que tiene un contenido de aceite superior a 5% en peso y una viscosidad cinemática superior a 7 cSt.
- 40 6. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la mezcla bruta incluye de 60 a 99% en peso de aceite y de 1 a 40% en peso de cera, preferiblemente de 75 a 95% en peso de aceite y de 5 a 25% en peso de cera y más preferiblemente de 78 a 95% en peso de aceite y de 5 a 22% en peso de cera.
- 45 7. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que se mezcla la mezcla bruta en cualquiera de los pasos (a), (c₁) y (d₁) del método con un disolvente seleccionado del grupo consistente en metiletilcetona, metilisobutilcetona, acetona, benceno, tolueno, dicloroetano, dicloruro de metileno, metanol, metil(terc.-butil)éter, N-metilpirrolidona y mezclas de dos o más de los disolventes arriba mencionados.
- 50 8. El método según cualquiera de las reivindicaciones precedentes, caracterizado por que la primera subetapa (14) de cristalización en suspensión de la primera etapa (12) de cristalización en el paso (b₁) del método y la segunda subetapa (14') de cristalización en suspensión de la primera etapa (12) de cristalización en el paso (b₂) del método se llevan a cabo de manera que la tercera fracción que
- 55

- 5 contiene aceite descerado obtenida en el paso (b₁) del método comprende menos de 5% en peso, preferiblemente menos de 3% en peso, más preferiblemente menos de 2% en peso, aún más preferiblemente menos de 1% en peso y lo más preferiblemente menos de 0,5% en peso de cera y/o de manera que la quinta fracción que contiene cera residual obtenida después del paso (b₂) del método comprende menos de 30% en peso, preferiblemente menos de 15% en peso, más preferiblemente menos de 12% en peso e incluso más preferiblemente menos de 10% en peso de aceite.
9. El método según cualquiera de las reivindicaciones 4 a 8, caracterizado por que en la segunda etapa (36) de cristalización en el paso (c) del método se lleva a cabo al menos una subetapa (38, 38') de cristalización en capa, preferiblemente subetapa (38, 38') de cristalización estática.
- 10 10. El método según cualquiera de las reivindicaciones 4 a 9, caracterizado por que en la segunda etapa (36) de cristalización en el paso (c) del método se llevan a cabo de una a cinco, preferiblemente de una a tres y más preferiblemente una o dos subetapas (38, 38') de cristalización.
- 15 11. El método según cualquiera de las reivindicaciones 4 a 10, caracterizado por que en el paso (c₂) del método se hace circular a la segunda subetapa (14') de cristalización del paso (b₂) del método de 10 a 100%, preferiblemente de 20 a 90% y más preferiblemente de 40 a 80% de la octava fracción.
12. Una instalación (1) para fraccionar una mezcla bruta que comprende al menos un aceite y al menos una cera, en particular para llevar a cabo un método según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en donde la instalación comprende:
- 20 i) una fuente de una mezcla bruta,
 ii) una etapa (2) de prefraccionamiento que comprende al menos una subetapa (3) de cristalización en capa que comprende al menos un cristizador en capa y
 iii) una primera etapa (12) de cristalización que comprende una primera subetapa (14) de cristalización en suspensión, aguas arriba, que comprende al menos un cristizador en suspensión, y al menos una segunda subetapa (14') de cristalización en suspensión, aguas abajo, que comprende al menos un cristizador en suspensión,
- 25 en donde la instalación comprende además una línea (4) de alimentación para alimentar la mezcla bruta a una entrada de la subetapa (3) de cristalización en capa de la etapa (2) de prefraccionamiento, una primera línea (6) de conexión que conecta una salida de la subetapa (3) de cristalización en capa de la etapa (2) de prefraccionamiento y una entrada de la primera subetapa (14) de cristalización en suspensión de la primera etapa (12) de cristalización y una segunda línea (7) de conexión que conecta otra salida de la subetapa (3) de cristalización en capa de la etapa (2) de prefraccionamiento y una entrada de la segunda subetapa (14') de cristalización en suspensión de la primera etapa (12) de cristalización.
- 30 13. La instalación (1) según la reivindicación 12, en donde la subetapa (3) de cristalización en capa de la etapa (2) de prefraccionamiento comprende al menos un cristizador estático, y en donde la instalación (1) preferiblemente comprende además:
- 35 iv) una segunda etapa (36) de cristalización que comprende al menos una subetapa (38, 38') de cristalización en capa, preferiblemente subetapa (38, 38') de cristalización estática, y/o
 v) una tercera etapa (43) de cristalización que comprende al menos una subetapa (14", 14''') de cristalización en suspensión.
- 40 14. La instalación (1) según la reivindicación 13, en donde la subetapa (3) de cristalización en capa de la etapa (2) de prefraccionamiento comprende al menos un cristizador estático, y en donde la instalación comprende además:
- 45 iv) una segunda etapa (36) de cristalización que comprende al menos una subetapa (38, 38') de cristalización en capa, preferiblemente subetapa (38, 38') de cristalización estática,
 v) una tercera etapa (43) de cristalización que comprende al menos una subetapa (14", 14''') de cristalización en suspensión y
 vi) una línea (34) de circulación que conecta una salida de la al menos una subetapa (38) de cristalización en capa de la segunda etapa (36) de cristalización y una entrada de la segunda subetapa (14') de cristalización en suspensión de la primera etapa (12) de cristalización, en donde la línea (34) de circulación está adaptada para devolver al menos una parte de la octava fracción a la segunda subetapa (14') de cristalización en suspensión de la primera etapa (12) de cristalización.
- 50 15. La instalación (1) según la reivindicación 13 o 14, caracterizada por que la segunda etapa (36) de cristalización comprende de una a treinta, preferiblemente de dos a diez y más preferiblemente de dos a cinco subetapas (38, 38') de cristalización en capa y la tercera etapa (43) de cristalización comprende de una a treinta, preferiblemente de dos a diez y más preferiblemente de dos a cinco subetapas (14", 14''') de cristalización en suspensión.
- 55

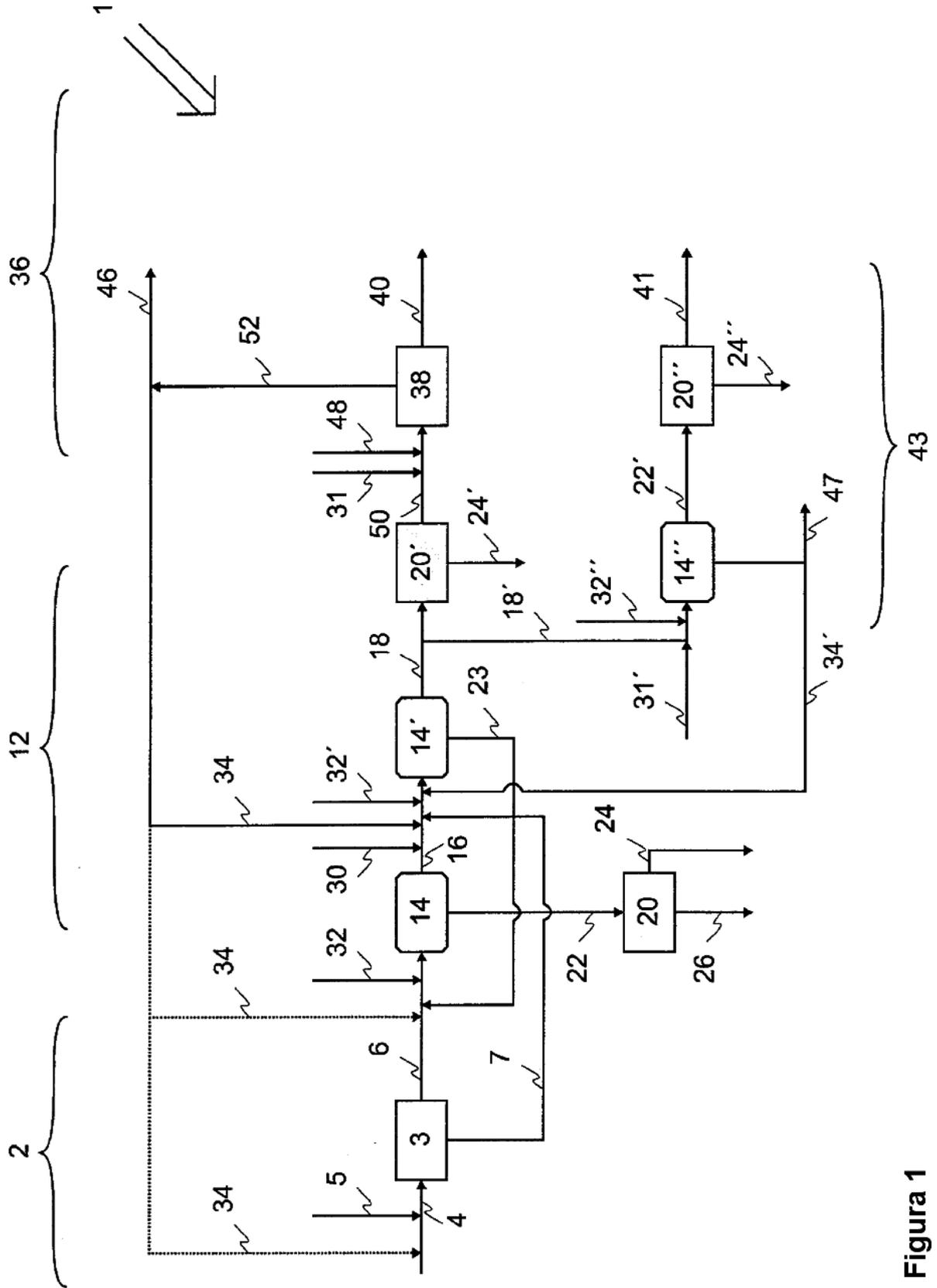


Figura 1

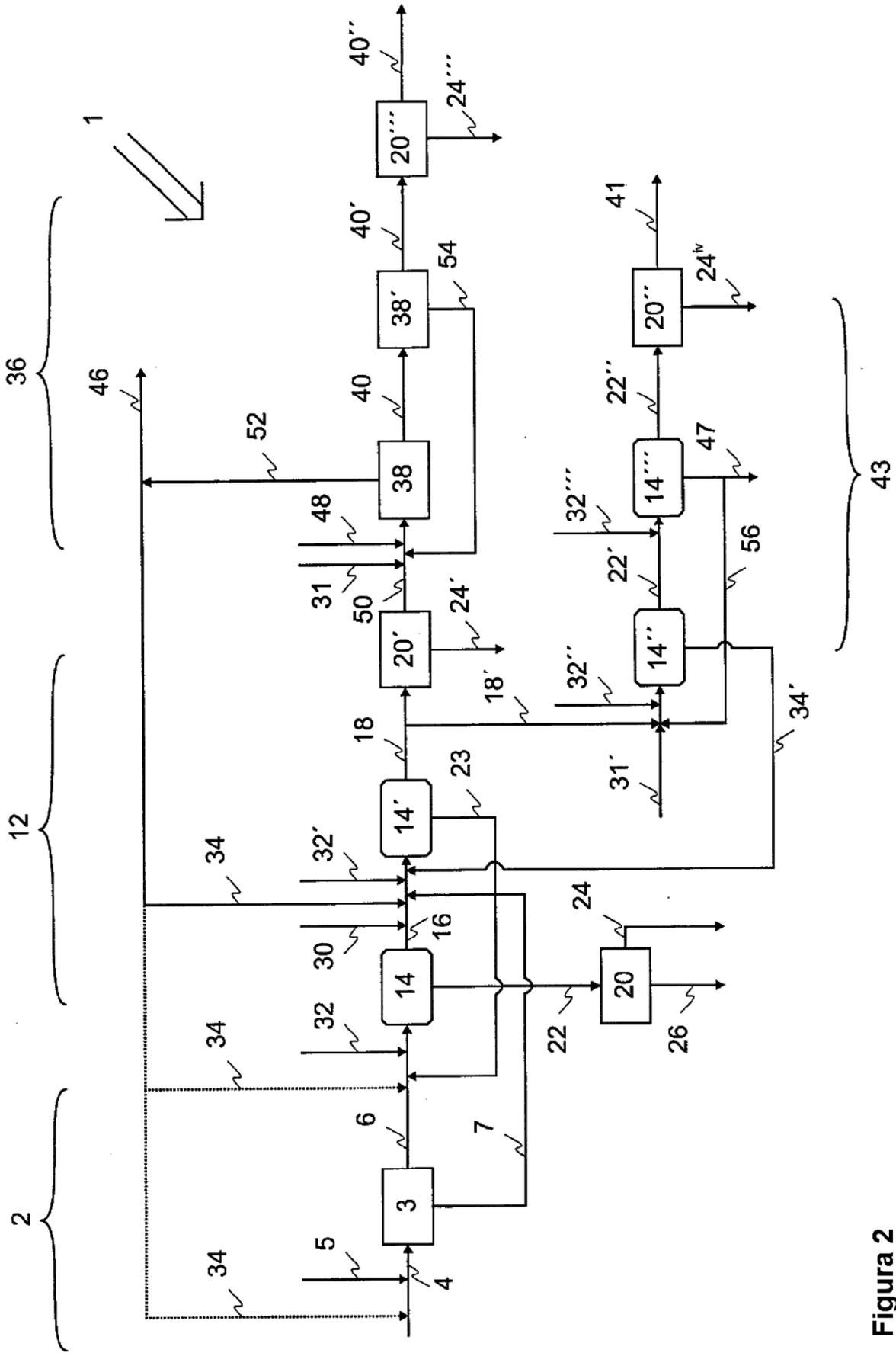


Figura 2