

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 761 687**

51 Int. Cl.:

B01D 3/40 (2006.01)
C07C 7/08 (2006.01)
C07C 15/04 (2006.01)
C07C 15/06 (2006.01)
C07C 15/08 (2006.01)
C10G 7/08 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **05.08.2008 PCT/EP2008/006415**

87 Fecha y número de publicación internacional: **26.02.2009 WO09024259**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **05.08.2008 E 08785343 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.10.2019 EP 2178611**

54 Título: **Obtención de benceno y derivados bencénicos a partir de fracciones de gasolina y corrientes de refinería**

30 Prioridad:

17.08.2007 DE 102007039074

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

20.05.2020

73 Titular/es:

**THYSSENKRUPP INDUSTRIAL SOLUTIONS AG
(100.0%)
ThyssenKrupp Allee 1
45143 Essen, DE**

72 Inventor/es:

**NOLL, OLIVER;
GEHRKE, HELMUT;
LÜBBECKE, CHRISTIAN y
KOLBE, BÄRBEL**

74 Agente/Representante:

VALLEJO LÓPEZ, Juan Pedro

Observaciones :

Véase nota informativa (Remarks, Remarques o Bemerkungen) en el folleto original publicado por la Oficina Europea de Patentes

ES 2 761 687 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

Obtención de benceno y derivados bencénicos a partir de fracciones de gasolina y corrientes de refinería

5 La obtención de aromáticos a partir de fracciones de gasolina y corrientes de refinería representa una etapa de procedimiento importante en la petroquímica y en la técnica de coquería y refinería. En particular el benceno y los derivados bencénicos simples son materias primas importantes para la fabricación de colorantes, plásticos, solventes y barnices. Dado que estos compuestos en fracciones que contienen aromáticos se producen a menudo en la mezcla con compuestos no aromáticos, las etapas de procedimiento para su aislamiento tienen una gran importancia. Ejemplos de fracciones que contienen aromáticos son la gasolina de reformación y pirólisis, pero también las fracciones de destilación de aceites minerales o benceno de coquería.

15 Una separación simple de aromáticos por destilación a partir de fracciones de gasolina que contienen aromáticos no es posible, porque la gasolina o sus fracciones están compuestas de una pluralidad de sustancias con intervalos de ebullición muy similares. Por consiguiente, para la separación se han de utilizar procedimientos que se beneficien de otros efectos físicos. Para la implementación técnica se dispone de varios procedimientos basados en procedimientos de separación físicos diferentes. Los más importantes son la destilación azeotrópica, la extracción líquido-líquido o la destilación extractiva.

20 En la destilación azeotrópica se añade a la mezcla a separar un solvente que forma una mezcla de punto de ebullición constante con el componente alifático o aromático. Este azeótropo se separa de la mezcla de partida por destilación y se divide después de la destilación en formador de azeótropo y fracción aromática. En el caso de una extracción líquido-líquido, la mezcla a separar se provee de un solvente que forma una mezcla bifásica y presenta una solubilidad mayor para un componente y, por consiguiente, éste se extrae de la mezcla de solvente. Después de la extracción, el componente aromático se puede separar del solvente, por ejemplo, mediante una destilación.

30 La destilación extractiva aprovecha el fenómeno de que las fugacidades de los componentes individuales cambian en una mezcla de componentes adecuados al respecto. La fugacidad se entiende como la presión de vapor parcial corregida en la mezcla. El cambio de la fugacidad se debe al hecho de que imperan interacciones repulsivas diferentes entre los tipos de molécula individuales. Por esta razón, un componente de mezcla, que presenta fuerzas de repulsión mayores respecto a los demás componentes, pasa más fácilmente a la fase de vapor que un componente con fuerzas de repulsión menores.

35 En una destilación extractiva se añade un solvente que se sabe tiende a aumentar selectivamente la fugacidad de uno o varios componentes. En las mezclas de hidrocarburo que contienen aromáticos, los componentes alifáticos de la mezcla presentan a menudo fuerzas de repulsión mayores en comparación con el solvente, de modo que su fugacidad aumenta claramente. La fugacidad del componente aromático, por el contrario, cambia comparativamente menos. Por esta razón, en una destilación con el solvente, los componentes alifáticos se obtienen preferentemente en el refinado, el producto de cabeza de bajo punto de ebullición de una destilación, mientras que los componentes aromáticos se encuentran en el extracto, el producto de fondo de alto punto de ebullición. Esto presupone la utilización de un solvente que presente el efecto deseado de cambiar de manera deseada las fugacidades de los componentes individuales.

45 Una destilación extractiva presenta frecuentemente ventajas respecto a una destilación azeotrópica o una extracción líquido-líquido. Así, por ejemplo, en una destilación extractiva, la transferencia de masa es a menudo esencialmente más alta que en una destilación azeotrópica, porque en el primer caso, las temperaturas utilizadas son claramente superiores. El coste de equipamiento para una destilación extractiva es considerablemente menor que en una extracción líquido-líquido, porque, en vez de una columna de extracción con la respectiva destilación subsiguiente, se necesitan, por lo general, sólo dos columnas de destilación. Dado que en una destilación extractiva se necesita una cantidad de solvente considerablemente menor que en una extracción líquido-líquido, los costes de instalación y funcionamiento son claramente más bajos.

60 El problema central para la ejecución de una destilación extractiva radica en la selección de un solvente adecuado. A partir de la pluralidad de solventes posibles se ha de encontrar aquel solvente que posibilite la separación prevista con un mínimo de solvente circulante. Los criterios decisivos al respecto son la capacidad y la selectividad de un solvente. La capacidad indica cómo el componente aromático se distribuye en el estado líquido entre las fases individuales según la ley de distribución de Nernst. Mientras más alta es la capacidad, mejor se disuelve el componente aromático en el solvente y menor es la cantidad de solvente requerido. Mientras más baja es la capacidad, más rápido se forma una mezcla bifásica con los componentes aromáticos y el solvente en estado líquido. La capacidad determina entonces esencialmente la cantidad de solvente requerido.

65 La selectividad indica cómo se mejora la extracción del componente de transición deseado en comparación con los demás componentes contenidos en el refinado. Mientras más alta es la selectividad de un medio de extracción, más fuerte es la repulsión del componente alifático y, por tanto, el cambio de la fugacidad. La selectividad determina esencialmente el efecto de separación y, por tanto, la cantidad de platos teóricos que es necesaria para la destilación extractiva. Con la disminución de la selectividad aumenta entonces el coste de equipamiento.

Son conocidos distintos solventes adecuados para una destilación extractiva de aromáticos. Los solventes utilizados frecuentemente son dietilenglicol, dimetilsulfóxido, sulfolano, N-metilpirrolidona, dimetilacetamida y N-formilmorfolina. Como mezcla de alimentación se utiliza una corriente de hidrocarburo que contiene aromáticos y alifáticos y se destila en una destilación previa para obtener un hidrocarburo con un intervalo de ebullición relativamente muy limitado. En dependencia del efecto de separación de la destilación extractiva se puede utilizar una corriente C₆, una corriente (C₆-C₇) o una corriente (C₆-C₈).

El equipamiento real para la destilación extractiva consiste, por lo general, en dos columnas de destilación. En la primera columna se ejecuta el verdadero proceso de destilación extractiva. En la cabeza de la columna se obtiene una corriente de refinado compuesta mayormente de hidrocarburos no aromáticos y, en dependencia del tipo de realización, de una determinada cantidad de solvente. Dado que el efecto repulsivo del solvente es mayor para los hidrocarburos no aromáticos, estos compuestos pasan más fácilmente a la fase de vapor. En la parte inferior de la columna se obtiene una mezcla formada mayormente por compuestos aromáticos y el solvente de extracción. Esta mezcla se conduce a continuación hacia una columna de separación, en la que la mezcla que contiene aromáticos se separa del solvente por destilación. El solvente se conduce nuevamente hacia la primera columna.

Después de la separación del extracto por destilación se obtiene una mezcla de hidrocarburos rica en aromáticos como fracción en la cabeza de la columna de separación y una fracción de solvente pobre en aromáticos como producto de fondo. Las dos fracciones se pueden someter a un tratamiento posterior para su purificación. Después del lavado, los aromáticos se pueden seguir procesando, por ejemplo, por destilación, de modo que se obtienen los aromáticos individuales en dependencia del grado de alquilación y del punto de ebullición. Con esta operación se obtienen los derivados bencénicos benceno, tolueno y xileno. Para la separación de los xilenos isómeros se pueden ejecutar otras etapas de proceso. Como etapa de purificación para la fracción de aromáticos puede ser adecuado también un proceso de lavado con agua.

El documento DE1568940C3 describe un proceso para la destilación extractiva de aromáticos con N-formilmorfolina como solvente. El proceso puede servir tanto para el aislamiento de aromáticos de una fracción inicial que contiene aromáticos como para la eliminación de aromáticos en corrientes de hidrocarburo. Este proceso se utiliza en un dispositivo que comprende una columna para la destilación extractiva, un separador de solvente, una columna de separación y una columna de regeneración de solvente. Los aromáticos obtenidos se pueden obtener directamente en dependencia de la pureza y los requerimientos o se pueden someter a un tratamiento posterior. Este procedimiento exige una cantidad de solvente elevada y un coste constructivo elevado debido a la capacidad relativamente baja del solvente.

El documento EP679708A1 describe un proceso de extracción que funciona bien con sólo una columna de extracción debido a una disposición especial del equipamiento. La extracción se ejecuta en una columna, a partir de la que se obtiene un producto de cabeza rico en alifáticos y un derivado lateral rico en aromáticos en la zona central de la columna. El solvente se vuelve a conducir desde el fondo hasta la parte superior de la columna mediante dispositivos intercambiadores de calor. Las dos columnas de hidrocarburo se liberan del exceso de solvente y agua en separadores ciclónicos y separadores de fase conectados a continuación. Como solventes se utilizan preferentemente los polialquilenglicoles, aunque se pueden utilizar también los sulfolanos o las pirrolidonas. A fin de mejorar el efecto de separación se añaden 0,1 a 20 por ciento en masa de agua a la mezcla de solvente. La desventaja de este procedimiento radica en que al solvente se ha de añadir una cierta cantidad de agua para mejorar el efecto de separación. Por consiguiente, se necesitan dispositivos adicionales para secar los productos obtenidos.

El documento EP1280869B1 describe un proceso para la destilación extractiva de una mezcla de hidrocarburo que contiene aromáticos mediante una mezcla de solvente de sulfolano y 3-metilsulfolano. La mezcla de solvente se puede utilizar en casi cualquier proporción y se puede adaptar así óptimamente al contenido de aromáticos y a la composición de la cantidad de aromáticos. Este proceso se utiliza en un dispositivo formado por una columna para la destilación extractiva y una columna para la destilación de la fracción aromática. Esta disposición permite ejecutar el proceso con un coste de equipamiento relativamente bajo. La desventaja de este procedimiento es la gran cantidad de solvente circulante y una columna relativamente grande para la destilación extractiva, porque es necesario utilizar un gran porcentaje de la combinación de solvente de extracción en comparación con el hidrocarburo.

La invención tiene el objetivo de determinar un solvente y un procedimiento adecuado para la destilación extractiva de derivados bencénicos a partir de fracciones de gasolina, que tenga propiedades mejoradas tanto desde el punto de vista de la selectividad como desde el punto de la capacidad. La capacidad del solvente debe ser lo suficientemente alta para un buen funcionamiento con una cantidad relativamente pequeña de solvente circulante. Los costes del solvente y los costes del equipamiento deben ser bajos. La selectividad conseguida del solvente debe ser alta para que el punto de ebullición del componente alifático se desplace lo suficiente y los hidrocarburos parafínicos y aromáticos se puedan aislar bien de la fracción de gasolina.

La presente invención consigue el objetivo mediante la utilización de una nueva mezcla de solvente que cumple los requerimientos mencionados. Se comprobó que los dos aditivos solventes N,N'-bis-(formil)piperazina o 2,2'-bis-(cianoetil)-éter en combinación con N-formilmorfolina como solvente son especialmente adecuados para la

destilación extractiva de aromáticos. La capacidad de esta combinación de solventes es grande, de modo que los aromáticos se pueden separar de la fracción de gasolina con una pequeña cantidad de agente de extracción. La selectividad respecto a los aromáticos es alta, de modo que los puntos de ebullición de los aromáticos se diferencian lo suficiente después de añadirse el solvente de extracción para una separación destilativa. Como resultado de la alta selectividad de la combinación de solventes según la invención, los hidrocarburos no aromáticos se separan casi completamente de la fracción de gasolina, por lo que después de eliminarse el solvente de extracción es posible una separación fácil de los aromáticos benceno, tolueno y xileno por destilación.

Debido al efecto de los componentes de solvente adicionales según la invención, que incrementa de manera variable la selectividad, se puede reducir la circulación de la mezcla de solvente de tal modo que se trabaja cerca del límite de capacidad o, con otras palabras, de la separación de solvente y mezcla de aromáticos. La combinación de solventes se puede optimizar de tal modo que por cada fracción de gasolina permite un ahorro máximo de carga de solvente. Una circulación menor de solvente implica costes de inversión y costes de recursos más bajos, manteniéndose a la vez la misma capacidad de la planta y la misma pureza del producto.

Se reivindica un procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1.

Se da a conocer un procedimiento para la obtención de una fracción de aromáticos pura, que comprende benceno, tolueno o xileno o mezclas de estos aromáticos, a partir de corrientes de refinería o de fracciones de gasolina que contienen estos aromáticos por destilación extractiva, en el que

- el producto de alimentación se somete antes de la destilación extractiva en una primera etapa de procedimiento a una destilación previa, en la que los componentes con un punto de ebullición superior al de los aromáticos mencionados se separan como producto de fondo y
- la mezcla de partida que contiene aromáticos, que se ha obtenido de esta manera, se mezcla y se somete a una destilación extractiva en una segunda etapa de procedimiento con un solvente o una mezcla de solventes de extracción, que permite aumentar selectivamente la fugacidad de los componentes no aromáticos de la mezcla de partida y, por tanto, el efecto de separación, y
- el solvente de extracción se elimina por destilación del extracto obtenido en una tercera etapa de procedimiento mediante el aumento de la temperatura o el aumento de la temperatura y la reducción de la presión,

caracterizado por que

la destilación extractiva de la segunda etapa de procedimiento se ejecuta con una combinación de solventes que comprende N,N'-diformilpiperazina con un segundo solvente como combinación de solventes que cambia la presión del vapor, añadiéndose el segundo solvente para obtener el punto de ebullición de la combinación de solventes de extracción en un intervalo adecuado para la separación del solvente a fin de evitar una descomposición de componentes de solvente, ejecutándose la destilación extractiva con una mezcla de solventes formada por N,N'-diformilpiperazina y N-formilmorfolina.

Los solventes según la invención se pueden utilizar en la mezcla y también sólo como componente de solvente. Estos se usan preferentemente en la mezcla con un solvente no según la invención. Una combinación preferida de solventes es N-formilmorfolina en la mezcla con uno de los componentes de solvente según la invención.

Para la combinación novedosa de solventes se genera un ahorro evidente de la cantidad de solvente circulante. Si se mezcla una combinación de solventes de los solventes N,N'-diformilpiperazina con N-formilmorfolina en la proporción de masa 1:1, se obtiene un ahorro de la cantidad de solvente circulante de 10 a 30 por ciento en masa en comparación con el solvente puro N-formilmorfolina. En una realización preferida de la invención, el ahorro de la cantidad de solvente circulante es de 15 a 25 por ciento en masa.

Si se mezcla una combinación de solvente de los solventes 2,2'-bis-(cianoetil)-éter con N-formilmorfolina en la proporción de masa 1:1, se obtiene un ahorro de la cantidad de solvente circulante de 5 a 15 por ciento en masa en comparación con el solvente puro N-formilmorfolina. En una relación preferida de la invención, el ahorro es de 7 a 11 por ciento en masa en comparación con el solvente N-formilmorfolina.

La N,N'-diformilpiperazina o hexahidro-1,4-diazina-1,4-dimetanal ($\text{HCO}[\text{ciclo-N}(\text{CH}_2\text{CH}_2)_2\text{N}]\text{CHO}$) es una sustancia química fácil de conseguir que se utiliza a menudo en la obtención de productos químicos finos. El 3,3'-oxidipropionitrilo o 2,2'-bis-(cianoetil)-éter ($\text{NC}(\text{CH}_2\text{CH}_2)\text{O}(\text{C}_2\text{H}_4)\text{CN}$) es una sustancia química fácil de conseguir que se puede utilizar frecuentemente como solvente en la cromatografía debido a sus propiedades polares especiales. La producción de estas sustancias químicas es simple, por lo que cantidades mayores de compuestos se pueden adquirir a precios razonables. El punto de fusión del compuesto N,N'-diformilpiperazina, que es sólido a temperatura ambiente, es de 125 a 129 °C y el punto de fusión y de ebullición del compuesto 2,2'-bis-(cianoetil)-éter, que es líquido a temperatura ambiente, es de -26°C y 130 a 132 °C (0,26 kPa).

Para la realización del procedimiento según la invención, los dos solventes según la invención se utilizan en combinación con un segundo solvente a fin de mantener el punto de ebullición de la combinación de solventes de extracción en un intervalo adecuado para la separación del solvente. Si el punto de ebullición es demasiado alto, se

puede producir una descomposición de los solventes de extracción al separarse los solventes de los aromáticos. La adición de un solvente no según la invención reduce el punto de ebullición de la combinación de solventes según la invención, de modo que se puede evitar una descomposición de componentes de solvente, sin necesidad de mantener demasiado baja la presión.

En una realización de la invención se añaden como segundo solvente compuestos heterocíclicos sustituidos que contienen nitrógeno y oxígeno. Como segundo solvente resulta adecuada en particular la N-formilmorfolina. El segundo solvente se puede añadir al solvente según la invención con un porcentaje en peso muy variable a fin de conseguir el efecto según la invención. Para la realización del procedimiento según la invención se prefiere una proporción de los dos solventes de 1:1.

En otra configuración de la invención, los componentes de solvente según la invención se utilizan en forma de derivados. Así, por ejemplo, es posible introducir sustituyentes carbonados en el componente de solvente según la invención, sin producirse un cambio esencial de las propiedades que son responsables de la extracción. Para mantener la solubilidad del solvente de extracción en un intervalo adecuado para el procedimiento según la invención, el número de átomos C de todos los sustituyentes no es superior a 7.

Además de procedimiento mencionado para la destilación extractiva se da a conocer también una mezcla de sustancias que contiene los compuestos N,N'-diformilpiperazina y N-formilmorfolina. Se da a conocer asimismo una mezcla de sustancias que contiene los compuestos N,N'-diformilpiperazina y 2,2'-bis-(cianoetil)-éter. Las mezclas no se habían proporcionado o descrito hasta el momento como sustancia en esta forma. Se da a conocer además la utilización de las mezclas de sustancia según la invención para la destilación extractiva.

Para la realización del procedimiento según la invención se utiliza un dispositivo típico en las destilaciones de extracción de aromáticos. Un dispositivo a modo de ejemplo se indica en el documento EP434959A2. La mezcla de alimentación que contiene aromáticos, que se obtiene a partir de la destilación previa de la gasolina, se precalienta y se alimenta en la parte inferior de una primera columna de destilación prevista para la extracción. Ésta ya contiene la combinación de solventes de extracción según la invención. En la destilación extractiva se obtiene en la cabeza de la columna una corriente de refinado, muy pobre en hidrocarburos aromáticos, que contiene esencialmente hidrocarburos parafínicos o también una cierta cantidad de hidrocarburos nafténicos. Esta corriente de refinado contiene sólo una cantidad muy pequeña de solvente de extracción y, si es necesario, se puede alimentar, después de obtenerse, a una etapa de procesamiento siguiente, por ejemplo, un lavado. Como producto de fondo de la columna de extracción se obtiene una corriente de extracto, muy rica en hidrocarburos aromáticos, en la mezcla con el solvente de extracción. En una realización de la invención, la destilación extractiva se ejecuta a una presión reducida.

La corriente de extracto se alimenta a la parte inferior de una segunda columna de destilación que se identifica también como columna de separación. Ésta se ha previsto para la separación del solvente de los aromáticos deseados por destilación. Como producto de fondo se recupera de esta columna el solvente que se vuelve a enviar a través de un conducto a la parte superior de la primera columna prevista para la destilación extractiva. De esta manera se consigue un circuito esencialmente cerrado para la combinación de solventes de extracción. Las dos columnas pueden tener opcionalmente un circuito de recalentador para el calentamiento.

Como producto de cabeza de la segunda columna prevista para la separación de solventes se obtiene una corriente de hidrocarburo esencialmente sin solvente que contiene mayormente los hidrocarburos aromáticos deseados. Esta corriente de aromáticos se puede alimentar, después de su obtención, a una etapa de procesamiento siguiente.

En una realización de la invención, la corriente de aromáticos obtenida a partir de la separación de solventes se alimenta a un proceso de lavado opcional con agua para eliminar residuos de la combinación de solventes obtenida. El proceso de lavado puede ir seguido también de otras etapas de procesamiento en separadores de fases. El extracto sin solventes obtenido se somete preferentemente después de su obtención a una separación por destilación, obteniéndose los derivados bencénicos individuales en una cantidad que corresponde a la parte de los aromáticos individuales en la mezcla de partida. Una ventaja particular del procedimiento según la invención es que en esta destilación se pueden obtener también los xilenos, más difíciles de obtener, como fracción de xileno pura.

En otra realización de la invención, el solvente de extracción se separa de los aromáticos a una presión reducida. Esto limita la carga térmica de la combinación de solventes de extracción y reduce el coste de equipamiento para el enfriamiento de la corriente de extracto. A fin de posibilitar una ejecución de la separación de solventes en la segunda columna de destilación a una presión reducida, la corriente de refinado obtenida a partir de la primera columna prevista para la extracción se lleva a una presión de gas menor mediante un dispositivo adecuado.

El efecto según la invención se podría apoyar mediante cálculos teóricos con datos VLE (equilibrio vapor-líquido). Como base se tomó al respecto un proceso simulado para el procedimiento según la invención, que se calculó mediante la entrada de los parámetros más importantes de la planta en un programa informático Aspen Plus de la empresa Aspen Tech. En este caso se introdujeron los parámetros de temperatura, presión, punto de ebullición, parámetros de interacción y solubilidad de todos los compuestos indicados. En el proceso simulado se utilizó una

- planta de destilación que es típica en un proceso de extracción de hidrocarburos aromáticos simples. Para demostrar el efecto según la invención, el solvente puro N-formilmorfolina se comparó con las combinaciones de solventes, según la invención, N,N'-diformilpiperazina con N-formilmorfolina y 2,2'-bis-(cianoetil)-éter con N-formilmorfolina. Las dos combinaciones de solventes se utilizaron en una proporción de masa de 1:1 para el cálculo de simulación. Como resultado se obtuvieron cantidades de solvente en puntos de proceso importantes que se convirtieron a por ciento en peso para el ahorro calculado de la cantidad de solvente circulante. La tolerancia a fallo de este programa informático fue de $\pm 10\%$ para las cifras porcentuales indicadas sobre el ahorro de solventes.
- Para conseguir un balance energético favorable del proceso, el producto de fondo caliente resultante de la separación de solventes, que consiste esencialmente en un solvente de extracción, se puede reenviar al proceso mediante dispositivos intercambiadores de calor. El producto de fondo caliente, procedente de la columna de separación, se puede utilizar para calentar la mezcla de alimentación, la primera columna prevista para la destilación extractiva o la segunda columna prevista para la separación de solventes.
- Durante un funcionamiento continuo de la planta para la obtención de aromáticos se puede producir una pequeña pérdida de solvente de extracción a pesar de todas las medidas. Así, por ejemplo, el solvente puede llegar a los procesos previstos para el procesamiento siguiente mediante las corrientes de refinado desde las fracciones con bajo punto de ebullición. Para compensar esta pérdida, el solvente fresco precalentado se puede alimentar al proceso mediante dispositivos adecuados en la cabeza de la primera columna.
- La cantidad alimentada se controla de tal modo que la proporción en peso del solvente utilizado respecto a la mezcla de hidrocarburos utilizada está situada en el intervalo de 1:1 a 5:1. En una realización preferida de la invención, la proporción en peso de la combinación de solventes utilizada respecto a la mezcla de hidrocarburos utilizada está situada en el intervalo de 2:1 a 3:1, si los componentes de solvente según la invención se utilizan en la mezcla con N-formilmorfolina.
- En una realización de la invención, la temperatura en la primera columna prevista para la extracción se ajusta durante la destilación de tal modo que el refinado descargado en la cabeza de la columna tiene a presión atmosférica una temperatura de al menos 50 °C y el producto de fondo obtenido en el extremo inferior de la columna tiene una temperatura máxima de 200 °C. Las temperaturas de ebullición en la columna pueden variar en caso de utilizarse una presión de destilación modificada o una composición modificada de la mezcla de hidrocarburos.
- En otra realización de la invención, la temperatura en la segunda columna prevista para la separación de solventes se ajusta de tal modo que el refinado descargado en la cabeza de la columna tiene una temperatura de al menos 50 °C y el producto de fondo obtenido en el extremo inferior de la columna tiene una temperatura máxima de 260 °C. La temperatura máxima se determina aquí esencialmente mediante la temperatura de descomposición del solvente. Las temperaturas de ebullición en la columna pueden variar en caso de utilizarse una presión de destilación modificada o una composición modificada de la mezcla de hidrocarburos.
- En otra realización se añade al solvente una pequeña cantidad de agua con el fin de aumentar la selectividad de la destilación extractiva. La cantidad de agua puede ser de 0,1 a 20 por ciento en masa, preferentemente 0,5 a 10 por ciento en masa. Esto depende de las condiciones aplicadas y las características del equipamiento del dispositivo utilizado.
- El proceso según la invención puede servir tanto para aislar los aromáticos de una fracción de partida que contiene aromáticos como para purificar las corrientes de hidrocarburo de aromáticos. La eliminación de compuestos aromáticos de una mezcla mayormente parafínica puede ser de interés, por ejemplo, en la industria alimentaria. Como gasolina de partida pueden servir tanto las corrientes de hidrocarburo procedentes del procesamiento del aceite mineral y de refinerías como los productos obtenidos de coquerías o plantas productoras de hidrocarburo, por ejemplo, el benceno de coquería.
- El procedimiento según la invención no necesita para su ejecución ningún otro cambio esencial del equipamiento en comparación con los procedimientos convencionales de destilación extractiva. La capacidad del solvente utilizado aumenta claramente, por lo que se requiere en total una cantidad menor de solvente circulante en todo el circuito. Los componentes de solvente, utilizados según la invención, disminuyen la cantidad de solvente circulante y reducen así los costes. Una circulación menor de solvente implica costes de inversión más bajos, manteniéndose a la vez la misma capacidad de la planta y la misma pureza del producto. La selectividad de la mezcla de solventes aumenta asimismo claramente, de modo que el solvente se puede adaptar de manera óptima al contenido de aromáticos y a la distribución de aromáticos de la mezcla de alimentación.
- La realización del procedimiento según la invención para la obtención de derivados bencénicos a partir de fracciones de gasolina y corrientes de refinería se explica con mayor exactitud por medio de un ejemplo y un dibujo, no estando limitado el procedimiento según la invención a esta forma de realización.
- Ejemplo: La tabla adjunta (Tabla 1) muestra el ahorro de solvente en el procedimiento según la invención con la combinación de solventes según la invención en comparación con la N-formilmorfolina convencional.

Tabla 1

Combinación de solventes (proporción en masa)	Ahorro de solvente en comparación con N-formilmorfolina
N,N'-diformilpiperazina + N-formilmorfolina (1:1)	10 a 30 por ciento en masa
2,2'-bis-(cianoetil)-éter + N-formilmorfolina (1:1)	5 a 15 por ciento en masa

5 El dibujo adjunto (figura 1) muestra a modo de ejemplo una realización del procedimiento, según la invención, para la extracción de aromáticos de una fracción de gasolina.

10 Una mezcla de alimentación que contiene aromáticos, que se obtuvo de una destilación previa, se alimenta a través de un conducto de alimentación 1 a la parte central de una columna 2 prevista para la destilación extractiva de la mezcla que contiene aromáticos. La columna ya contiene el solvente según la invención en combinación con otro solvente. Durante la destilación se produce como refinado una corriente de hidrocarburos 3, pobre en aromáticos, que contiene principalmente hidrocarburos parafínicos y se transporta hacia otra etapa de procesamiento. Como producto de fondo se obtiene una corriente de hidrocarburos 4, rica en aromáticos, que se conduce a una segunda columna 6 para la separación de solventes a través de un conducto con un dispositivo de reducción de presión 5. En esta columna se separa el solvente mediante el aumento de la temperatura y/o la disminución de la presión. Como producto de cabeza se obtiene un extracto rico en aromáticos 7 que está libre ampliamente de solventes. Como producto de fondo se obtiene una corriente de solvente que contiene esencialmente el solvente pobre en aromáticos. Éste se envía nuevamente a la parte superior de la columna 2, prevista para la destilación extractiva, a través de un conducto 8. El solvente puede calentar la mezcla de partida utilizada 1, la columna de extracción 2 o la columna de separación 6 mediante un intercambio de calor indirecto con dispositivos intercambiadores de calor 9, 10 y 11. La pérdida de solvente durante un funcionamiento continuo se puede compensar mediante la adición de solvente o componentes de solvente con ayuda de una boquilla de alimentación separada 12.

Lista de números de referencia

- 25 1 Conducto de alimentación para la mezcla de partida
 2 Columna para la destilación extractiva
 3 Refinado, corriente de producto con mezcla de hidrocarburos pobre en aromáticos
 4 Conducto para la mezcla de solventes rica en aromáticos
 5 Dispositivo de reducción de presión
 30 6 Columna de separación para separar el solvente
 7 Corriente de producto con mezcla de hidrocarburos rica en aromáticos
 8 Conducto para el retorno de solvente
 9 Intercambiador de calor
 10 Intercambiador de calor
 35 11 Intercambiador de calor
 12 Boquilla de alimentación de solvente

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la obtención de una fracción de aromáticos pura, que comprende benceno, tolueno o xileno o mezclas de estos aromáticos, por destilación extractiva a partir de corrientes de refinería o de fracciones de gasolina que contienen estos aromáticos, en donde
- el producto de alimentación se somete antes de la destilación extractiva en una primera etapa de procedimiento a una destilación previa, en la que los componentes con un punto de ebullición superior al de los aromáticos mencionados se separan como producto de fondo y
 - 10 • la mezcla de partida que contiene aromáticos, que se ha obtenido de esta manera, se mezcla y se somete a una destilación extractiva en una segunda etapa de procedimiento con un solvente de extracción o una mezcla de solventes de extracción, que permite aumentar selectivamente la fugacidad de los componentes no aromáticos de la mezcla de partida y, por tanto, el efecto de separación, y
 - 15 • el solvente de extracción se elimina por destilación del extracto obtenido en una tercera etapa de procedimiento mediante el aumento de la temperatura o el aumento de la temperatura y la reducción de la presión,
- caracterizado por que**
- la destilación extractiva de la segunda etapa de procedimiento se ejecuta con una combinación de solventes que comprende N,N'-diformilpiperazina y un segundo solvente como combinación de solventes que cambia la presión del vapor, añadiéndose el segundo solvente para obtener el punto de ebullición de la combinación de solventes de extracción en un intervalo adecuado para la separación del solvente a fin de evitar una descomposición de los componentes de solvente,
 - 20 • ejecutándose la destilación extractiva con una mezcla de solventes formada por N,N'-diformilpiperazina y N-formilmorfolina.
- 25 2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, **caracterizado por que** la destilación extractiva se ejecuta con una proporción de masa de la mezcla de alimentación respecto al solvente en un intervalo de entre 1:1 y 1:10.
- 30 3. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 2, **caracterizado por que** el solvente utilizado o la combinación de solventes utilizada comprende agua con una proporción del 0,1 al 20 por ciento en masa.
- 35 4. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 3, **caracterizado por que** la mezcla rica en aromáticos, obtenida a partir de la destilación extractiva, se somete a un proceso de lavado con agua después de la separación de solvente.
- 40 5. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 4, **caracterizado por que** la mezcla rica en aromáticos, obtenida a partir de la destilación extractiva, se separa después de la separación de solvente en una primera fracción que contiene benceno, una segunda fracción que contiene tolueno y una tercera fracción que contiene xileno.
- 45 6. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 5, **caracterizado por que** la destilación extractiva se ejecuta en una primera columna de destilación, obteniéndose una corriente de hidrocarburo pobre en aromáticos como refinado de bajo punto de ebullición.
- 50 7. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 6, **caracterizado por que** la separación de solvente se ejecuta en una segunda columna de destilación, obteniéndose una corriente de hidrocarburo rica en aromáticos como refinado de bajo punto de ebullición.
- 55 8. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 7, **caracterizado por que** el solvente se conduce en un circuito cerrado para la destilación extractiva.
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 8, **caracterizado por que** el solvente de extracción resultante de la separación de solvente se puede realimentar como producto de fondo de alto punto de ebullición desde la segunda columna hasta la parte superior de la primera columna.
- 60 10. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 9, **caracterizado por que** la pérdida de solvente se puede compensar mediante la alimentación de solvente de extracción o una mezcla de solventes de extracción.
- 65 11. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 10, **caracterizado por que** la destilación extractiva en la primera columna se ejecuta a una temperatura de 200 °C en el extremo inferior de esta columna y a una temperatura 50 °C en el extremo superior de esta columna.
12. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 11, **caracterizado por que** la separación de solvente en la segunda columna se ejecuta a una temperatura de 260 °C en el extremo inferior de esta columna y a una temperatura de 50 °C en el extremo superior de esta columna.

13. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 12, **caracterizado por que** la corriente de solvente resultante de la separación de solvente es utilizada por dispositivos intercambiadores de calor con el fin de calentar la mezcla de alimentación para la destilación extractiva.
- 5
14. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 13, **caracterizado por que** la corriente de solvente resultante de la separación de solvente es utilizada por dispositivos intercambiadores de calor con el fin de calentar la primera columna de destilación para la destilación extractiva.
- 10
15. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 1 a 14, **caracterizado por que** la corriente de solvente resultante de la separación de solvente es utilizada por dispositivos intercambiadores de calor con el fin de calentar la segunda columna de destilación para la separación de solvente.

FIG. 1

