



172

173

Señora

Alix Carmenza Céspedes de Vergel

Jefe de División de Nuevas Creaciones

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

E. _____ S. _____ D. _____

Referencia: Expediente No. 04.086.986

Solicitud de Patente de Invención titulada: "Un proceso de alquilación por destilación reactiva que incluye la regeneración del catalizador in situ"

Solicitante: Sasol North America, Inc.

RESPUESTA AL AUTO NOTIFICADO POR FIJACIÓN EN LISTA NO. 156**DEL 11 DE MAYO DE 2007, OFICIO NO. 5811 (EXAMEN DE FONDO)**

ÁLVARO CORREA ORDÓÑEZ, mayor de edad y vecino de Bogotá D.C., identificado tal como aparece al pie de mi firma, en mi carácter de apoderado de la sociedad en referencia, doy respuesta al auto emanado por ese Despacho dentro del término de prórroga solicitado en mi memorial 04-086986-00005-0000 de fecha 13 de agosto de 2007:

Objeciones del Examinador

Claridad de la solicitud

Considera su Despacho que la presente solicitud no es clara por cuanto existen algunas expresiones en la descripción que presuntamente no se adecuan al tema técnico que se está tratando. Además solicita la supresión de algunas expresiones del capítulo reivindicatorio así como también el cambio de unidades.

nº 2

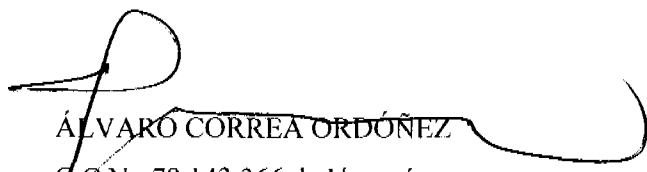
En respuesta a su solicitud nos permitimos informarle que la descripción fue revisada en su totalidad y se han hecho todas las modificaciones necesarias. La expresión “catalizadores de alquilación de ácidos sólidos” se ha cambiado por “catalizadores ácidos sólidos de alquilación” y la expresión “intermezclar” se cambió por “entremezclar”, además de algunos otros ajustes.

Por otra parte se modificaron todas las unidades y se convirtieron al Sistema Internacional de unidades.

Adicionalmente, también se revisó y ajustó el capítulo reivindicatorio para ajustarlo de acuerdo con lo solicitado por su Despacho. De tal forma que expresiones como “cesación periódica” e “intermezclar” han desaparecido. También se eliminaron las expresiones “cantidad efectiva” y “cerca de” de acuerdo con su solicitud. Finalmente, también se ha hecho la conversión de unidades respectiva en el capítulo reivindicatorio. Como resultado de estas modificaciones el título de la invención también se modificó.

De acuerdo con lo anterior presento un nuevo texto de la solicitud completamente revisado y ajustado de acuerdo con lo solicitado, así como también el formulario de modificación voluntaria y la respectiva tasa.

Atentamente,



ÁLVARO CORREA ORDÓÑEZ
C.C.No.79.143.366 de Usaquén
T.P.20.281

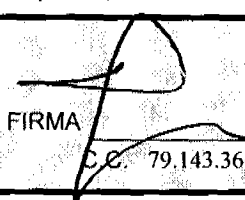
Anexos: Capítulo descriptivo modificado
 Capítulo reivindicatorio modificado
 Formulario de modificación
 Recibo

88888

Industria y Comercio
SUPERINTENDENCIA

Espacio reservado para el adhesivo de radicación

FORMULARIO UNICO DE CORRECCIONES Y MODIFICACIONES

1 SOLICITUD DE	
☐ Corrección de Error Material	☒ Modificación de una solicitud
2 SOLICITANTE	IDENTIFICACION
Nombre: SASOL NORTH AMERICA, INC.	C.C. ☐ NIT ☐
Dirección: 900 Threadneedle, Suite 100, Houston, Texas 77079 Estados Unidos de America	C.E. ☐ Otro ☐
Nacionalidad o Domicilio: Estadounidense	Cual
Lugar de Constitución: Houston, Estados Unidos de America	Número
Teléfono: Fax:	
E-Mail	
3 REPRESENTANTE O APODERADO	IDENTIFICACION
Nombre: ALVARO CORREA ORDOÑEZ	C.C. ☒ NIT ☐
Dirección: Avenida 82 No.10-62 Piso 60.	C.E. ☐ Otro ☐
Teléfono: 634 1500 Fax: 376 2211	Cual
E-Mail: patents.bogota@bakernet.com	Número 79.143.366 TP 20.281
4 Numero de expediente	
04.086.986	
5 Descripción de la corrección o modificación solicitada El solicitante presenta voluntariamente nuevo título, nuevo texto de la solicitud y nuevo capitulo reivindicatorio de acuerdo a sugerencia del examinador	
6 Comprobante de Pago No. 07-57805 Fecha 16-JUL-07	
7 Anexos	
☒ Comprobante de pago de la tasa.	
☐ Poderes, si fuere el caso.	
☐ Documento que acredita la existencia y representación legal de las partes, cuando sean personas juridicas.	
8 NOMBRE ALVARO CORREA ORDOÑEZ	FIRMA 
	C.C. 79.143.366 T.P. 20.281

Instrucciones para el diligenciamiento del presente formulario, ver reverso de esta página.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO



No. 14-966986-00006-0100

Fecha: 20/07/2007 Dep. 2020 NULCREACIONE
Tra. 11 FASENACIONALI Ever: 378 FASENACIONALI
Act. 444 RESPUESTA RQUE Folios: 50

176

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO

NIT : 800176089-2

RECIBO OFICIAL DE CAJA : 07 - 57,805
FECHA : JULIO 16 DE 2007

***** CONSIGNACION *****

DEPOSITANTE	TIPO PAGO	BANCO	CUENTA	No. PAGO	FECHA PAGO	Vr. PAGO
RAISBECK LARA RODRIGUEZ	CONSIGNACION	BANCO POPULAR	050-00110-6	51180926	16/07/2007	42,977,000.00

***** CONCEPTO *****

CANT.	RENTISTICO	CONCEPTO	TOTAL CONCEPTO
1	50005-01-03	CAMBIO DE MODALIDAD Y MODIFICA	
		12 MARCAS Y LEMAS COMERCIALES	99,000.00
		TOTAL :	\$ 99,000.00

SON: NOVENTA Y NUEVE MIL PESOS

RESPONSABLE :

UN PROCESO DE ALQUILACIÓN POR DESTILACIÓN REACTIVA QUE
INCLUYE LA REGENERACIÓN DEL CATALIZADOR IN SITU

Campo de la Invención

La presente invención se relaciona con la regeneración de catalizador. Más particularmente, esta invención se relaciona con la regeneración in situ de catalizadores ácidos sólidos en un proceso de destilación reactiva unificado, continuo, presurizado, para la alquilación de compuestos aromáticos livianos, tales como benceno y cumeno

Antecedentes de la Invención

La alquilación de compuestos aromáticos con olefinas es una tecnología comercial establecida. Por ejemplo, el benceno alquilado con hidrocarburos de cadena corta (típicamente 2 a 6 carbonos) tiene valor como potenciador del octanaje de la gasolina. Los compuestos aromáticos livianos alquilados con olefinas lineales de cadenas más largas (esto es, que tengan más de 8 a 10 átomos de carbono) son sulfonatadas comúnmente para producir tenso

177
AB

activos adecuados para uso en la fabricación de detergentes.

La alquilación del benceno y otros compuestos aromáticos livianos típicamente ha sido llevada a cabo usando ácido fluorhídrico o un catalizador ácido sólido en un proceso de lecho fijo de flujo tapón. Por ejemplo, la patente estadounidense No. 2,860,173 describe el uso de un ácido fosfórico sólido como un catalizador para la alquilación de benceno con propileno para producir cumeno. Más recientemente se ha enseñado, el uso de catalizadores Friedel Crafts, especialmente cloruro de aluminio y ciertas las zeolitas naturales y los tamices sintéticos comerciales, como catalizadores de alquilación.

Aún más recientemente, la alquilación de benceno y aromáticos livianos con olefinas C_6-C_{30} coalimentadas con el aromático sobre un lecho catalizador sólido en una columna de destilación reactiva ha sido propuesta para llevarse a cabo en una columna de destilación reactiva (patente estadounidense No. 5,770,782).

Sin embargo, continúan habiendo problemas asociados con los procesos de alquilación comercial. Por un lado, la

mayoría de los procesos anteriores tiene límites prácticos sobre la cantidad de aromático que pueda ser coalimentada económicamente con las olefinas, resultando así en bajas producciones de los productos alquilados deseados. El rango típico para la proporción molar benceno a olefina que utiliza la tecnología de alquilación HF es 4/1 a 8/1. La tecnología ácido sólido de flujo tapón de lecho fijo referida anteriormente es practicada usando la proporción molar benceno/olefina de 15/1 a 30/1. Los ejemplos propuestos para la destilación reactiva en la patente estadounidense No. 5,770,782 uso una proporción molar benceno/olefina de 5/1 a 20/1 para la mezcla coalimentada e indica una necesidad de mezclado mecánico del aromático y la olefina antes de que ellos ingresen al lecho catalizador para asegurar la conversión adecuada y la producción de alquilato.

Adicionalmente, todos estos procesos tienen una tendencia significativa a producir aromáticos polisustituídos, en particular, dialquilados. Los catalizadores ácidos sólidos de alquilación tienden a desactivarse más rápidamente en la presencia de productos aromáticos dialquilados. Los depósitos carbonáceos y los orgánicos pesados se forman sobre la superficie catalizadora, con

una disminución resultante en la efectividad del catalizador y una necesidad de detener el proceso para regenerar el catalizador. La mayoría de estos problemas están relacionados directamente con la naturaleza exotérmica de la reacción, que tiene una tendencia a ser difícil y crítica de controlar. La regeneración se suministra típicamente usando benceno mantenido en la fase líquida una presión de 500 psig y temperaturas de más de 250° C.

Es claro que existe necesidad de un método de alquilación de aromáticos livianos con olefinas de cadena recta que tengan índices altos de conversión de olefina, una alta selectividad para los productos mono-sustituídos, y efectividad prolongada del catalizador. Reducir la severidad de las condiciones operativas mejoraría la probabilidad de lograr tales resultados.

Resumen de la Invención

Esta invención suministra un proceso unificado de destilación reactiva y un sistema útil en la preparación de compuestos aromáticos mono-alkilados por medio de la reacción catalizada ácido sólido de compuestos aromáticos

livianos con olefinas de cadena recta de bajo peso molecular, que permiten la regeneración in situ periódica del catalizador, es decir en la columna de destilación.

El proceso de alquilación aromático de la invención involucra un proceso de destilación reactiva y comprende un proceso continuo, presurizado usando una configuración de columna y sistema de destilación que incluye una zona de reacción, una primera zona de rectificación en la parte superior de la columna de destilación para la rectificación y recuperación de la materia prima de hidrocarburo aromático no reaccionado, una zona de reacción intermedia que contiene un catalizador de alquilación ácido sólido, y una segunda zona de rectificación ubicada por debajo y en comunicación con la zona de reacción, en donde el hidrocarburo aromático y la materia prima de olefina no reaccionados pueden ser separados del producto de alquilación y de cualesquier subproducto. Debajo de la segunda zona de rectificación hay un rehervidor y medios para retirar el producto de alquilación de la columna. Inyectores adecuadamente posicionados permiten una introducción controlada del compuesto de hidrocarburo aromático y de la materia prima de olefina.

En el proceso de alquilación por destilación reactiva por lo menos una porción de una materia prima de olefina adecuado se introduce en un punto entre la zona catalizadora intermedia y la zona de rectificación superior, y por lo menos una porción de la materia prima de hidrocarburo aromático adecuada se introduce en un punto entre la zona catalizadora y una segunda zona de rectificación inferior, y el hidrocarburo aromático es refuido hacia arriba a través de la zona catalizadora para ponerse en contacto y reaccionar con la materia prima de olefina descendente en una reacción de fase líquida en contracorriente. En tal sistema preferido, las condiciones de reacción requieren que la presión interna en la zona de reacción sea mantenida constante y por encima de 2551060.19 Pa (1 atmósfera), preferiblemente entre 137895 (20) y cerca de 1378951.45 (200 psig), y la combinación de la olefina y el hidrocarburo aromático en el rehervidor mantenida en o cerca del reflujo de tal manera que la temperatura en el rehervidor permanece por debajo de la temperatura de degradación térmica para el producto alquilado, que es cerca de 265° C, y la proporción molar del hidrocarburo aromático a la olefina en la fase líquida puede ser mantenida entre cerca de

30/1 a cerca de 100/1, preferiblemente entre 40/1 a cerca de 80/1.

La regeneración del catalizador en el proceso de alquilación por destilación reactiva es requerida como resultado de la formación sobre la superficie del catalizador de los subproductos de reacción que "envenenan" el catalizador, disminuyendo su efectividad y causando una pérdida de la conversión. De acuerdo con un aspecto preferido de la presente invención, la regeneración periódica del catalizador de alquilación puede ser alcanzada en la columna de destilación periódicamente al cesar el flujo de la materia prima de olefina e inyectando una cantidad efectiva de una parafina adecuada dentro de la columna en contracorriente al flujo de la materia prima de hidrocarburo aromático y ajustando la presión interna de la columna y temperatura en la zona catalizadora para lograr la temperatura de regeneración deseada que, como es bien conocido en la técnica, esta dentro del rango por encima de cerca 175° C, generalmente desde cerca de 175° C a cerca de 250° C.

Típicamente, el método de regeneración preferido de la invención será el de inyectar periódicamente la parafina

dentro de la columna de destilación en un punto por debajo de la primera zona de rectificación y por encima del catalizador, así la parafina se entremezcla con la materia prima de hidrocarburo aromático en reflujo en un flujo de contracorriente a través de la zona catalizadora y, en combinación con el hidrocarburo aromático, diluye y disuelve los subproductos intermedios y otros materiales de la superficie catalizadora y los transporta dentro del rehervidor para su recuperación y desecho.

El uso de un flujo de contracorriente de parafina e hidrocarburo aromático en la columna suministra una reducción no esperada en la presión operativa requerida para lograr la temperatura de regeneración deseada en la zona catalizadora. El proceso permite la regeneración a condiciones más suaves, es decir 175-250° C, que el ambiente típico en un proceso de lecho fijo. La temperatura se puede ajustar usando tanto la presión interna de la columna como el índice de reflujo del hidrocarburo aromático. Por ejemplo, a una presión de 861844.66 Pa (125) a 2551060.19 Pa (370 psig), se puede emplear una composición de 40-90 moles % de hidrocarburo aromático con parafina.

Breve Descripción de los Dibujos

Fig. 1 suministra una representación esquemática de un sistema de alquilación por destilación reactiva usando el proceso de regeneración de catalizador de la presente invención. La ilustración muestra dos columnas separadas y conectadas que se comportan como un sistema único.

Fig. 2 es un gráfico que muestra el perfil de temperatura regeneración por toda la columna.

Fig. 3 es un gráfico que compara datos experimentales sobre la regeneración de parafina más benceno con regeneración simulada de parafina más benceno.

Fig. 4 es un gráfico similar al de la figura 3 que muestra regeneraciones simuladas a presiones más altas.

Fig. 5 es un gráfico que muestra temperaturas de regeneración como una función de índices de reflujo de benceno; y

Fig. 6 es un gráfico que muestra la relación entre el reflujo de benceno a varios índices como una función del porcentaje de moles de benceno.

Descripción Detalladas de la Modalidades Preferidas

Por aromáticos livianos o aromático, queremos decir compuestos aromáticos orgánicos que tienen una o más anillos y entre 6 a cerca de 20 átomos de carbono, que hierven a o por debajo de cerca de 250° C bajo condiciones de presión típicas en una columna de destilación tipo reactor comercial. Los miembros preferidos de este grupo son benceno, tolueno, xileno, estireno, fenol y cumeno, con el benceno siendo especialmente preferido.

Las olefinas preferidas incluyen aquellas olefinas de cadena recta mono-insaturadas que tienen entre 2 acerca de 30 átomos de carbono preferiblemente entre cerca de 8 acerca de 20 átomos de carbono, más preferiblemente entre 10 a 14 átomos de carbono. Una materia prima de olefina particularmente preferida para el alquilado en rango de detergente comprende una mezcla de olefinas C₆-C₁₈ con

parafinas C_6-C_{18} derivadas de un proceso comercial de deshidrogenación de parafina.

Las parafinas preferidas o materia prima de parafina adecuada para el uso en el proceso de regeneración del catalizador de alquilación de la presente invención incluyen parafinas que tienen entre C_4 a C_{16} átomos de carbono. En el caso de alquilación para el rango de gasolina, se prefieren las parafinas con contenido de carbono entre C_4 a C_{16} aunque en el caso de alquilación en rango de detergente, las parafinas entre C_8 a C_{16} átomos de carbono son preferidas.

El proceso de regeneración del catalizador de la presente invención es llevado a cabo convenientemente en un proceso de alquilación reactivo continuo unificado tal como el descrito en la solicitud pendiente serie No. _____, presentada al mismo tiempo que la presente y titulada "Un Proceso de Destilación Reactivo para la alquilación de Hidrocarburos Aromáticos", cuya descripción se incorpora aquí como referencia. En este proceso, usando una configuración de destilación reactiva tal como aquella descrita en la figura 1 adjunta, una mezcla de olefina/parafina se inyectada por debajo de la



zona de rectificación de benceno en la parte superior de la columna de destilación, pero encima de la zona catalizadora. El hidrocarburo aromático es inyectado continuamente en un punto por debajo de la zona de reacción de catalizador sólido y encima de una zona de rectificación, en la cual esta puede ser separada del producto alquilado, parafina y olefina no reaccionado que desciende de la zona de reacción en su vía hacia el rehervidor.

La reacción de alquilación tiene lugar principalmente en la fase líquida sobre el catalizador sólido en la zona de reacción. Los catalizadores que pueden ser empleados para esta invención incluyen tales materiales zeolítico ácidos como W-Zeolita, beta-zeolita, mordenita ácida, arcillas ácidas, tales como montmorillonita y zeolitas de poro medio tales como ZSM-5, ZSM-12, ZSM-18, ZSM-20, MCM-22, y mordenita BETA, L, Y, lo mismo que formas intercambiadas de tierras raras o de formas desaluminadas de las zeolitas listadas. Otros catalizadores que pueden ser empleados en la práctica de esta invención son las versiones fluoradas de las zeolitas anteriormente mencionadas y el cloruro de aluminio impregnado sobre alúmina, arcillas, y sílice-alúmina. El catalizador puede

ser mantenido en su lugar al sopórtalo en un empaque estructurado, tal como el empaque estructurado catalítico de marca Koch-Glitch KATAMAX, o alternativamente dispuesto de otras maneras familiares por aquellos versados en esa técnica, por ejemplo, en una serie de lechos sobre bandejas perforadas o en lechos posicionados en los tubos verticales de descenso de líquido de una columna de destilación con bandejas. El estructurado también puede ser utilizado en las zonas de rectificación, sin catalizador, para mejorar la evaporación y la eficiencia de la condensación en aquellas zonas.

Durante el proceso de alquilación, como se describió en la solicitud de la referencia, la proporción molar del hidrocarburo aromático a la olefina en fase líquida en la zona de reacción se mantiene a través del ajuste de la contrapresión interna de la columna, la razón de reflujo del hidrocarburo aromático, la entrada de energía en el rehervidor, la cantidad de hidrocarburo aromático removido aunque manteniendo la columna en un reflujo total aproximado, y el flujo de entrada del hidrocarburo aromático. Al acoplar la razón de reflujo del hidrocarburo aromático con la introducción relativamente

baja de hidrocarburo aromático adicional en la columna tendera a incrementar la composición del hidrocarburo aromático que refluje hacia la zona de reacción y a mantener la proporción molar del hidrocarburo aromático a la olefina en la zona catalizadora de reacción a un nivel más alto.

Las proporciones molares más altas de hidrocarburo aromático a olefina que se pueden generar con flujo a contracorriente de la olefina en fase líquida y el reflujo más alto del compuesto aromático en la zona de reacción han demostrado que tienen varias ventajas inesperadas:

Primero, las proporciones molares más altas de compuesto aromático a olefina en la zona de reacción permiten una zona catalizadora más grande, tendiendo a estabilizar la reacción y haciéndola muy isotérmica en la columna de destilación. Intentos anteriores de mantener un proceso isotérmico típicamente involucró el mezclar el hidrocarburo aromático con la alimentación de la mezcla olefina/parafina;

0000

Segundo, la entrada de energía más alta al rehervidor para producir índices de reflujo mayores sin el riesgo de exceder la temperatura de degradación térmica que pueda ocurrir en el rehervidor a temperaturas de más de 265° C. Los índices altos de reflujo de hidrocarburo aromático a entrada de energía constante tenderán a disminuir la temperatura del rehervidor a medida que se fuerza más el hidrocarburo aromático en el rehervidor. Elevar la presión interna dentro de la columna puede lograr temperaturas mas altas de reacción de catalizador, incrementando así la producción, sin el riesgo de exceder una temperatura de degradación térmica en el rehervidor.

Tercero, las proporciones molares mayores de hidrocarburo aromático a olefina, lo mismo que la naturaleza isotérmica de la zona de reacción, pueden ayudar a incrementar la vida útil del catalizador. Esto es el resultado de una mayor selectividad del proceso de la invención para la alquilación mono-sustituida, en oposición a la poli-alquilación, que es conocido que envenena a la mayoría de catalizadores ácidos sólidos de alquilación, requiriéndose regeneración más frecuente.

791
T02

En el ejemplo establecido más abajo, el proceso de regeneración de esta invención fue llevado a cabo en una columna de destilación reactiva continua ilustrada en la figura 1. Como se muestra en la figura 1, por conveniencia se emplearon y diseñaron dos columnas separadas para comportarse como una columna de destilación reactiva única. El control de presión diferencial estableció el transporte de vapor entre la mitad inferior (columna 1) y la mitad superior (columna 2). El transporte de líquido entre los segmentos superiores (columna 2) y los segmentos inferiores (columna 1) fue manejado por una bomba y el control de flujo desde la base de la columna 2.

Los catalizadores empleados fueron mordenita y Zeolitas Y ácidos sólidos. El catalizador es granulado hasta un tamaño de maya 16 X 40 U.S. secado a una temperatura apropiada para su activación, cargado en elementos de empaque de catalizador 54 KATAMAX. Cada elemento tiene un diámetro exterior de 5,08 cm (2 pulgadas) y una longitud de 13,97 cm (5,5 pulgadas). La masa del catalizador cargado en la columna dependerá de su densidad. Sin embargo, ya que cada uno de los elementos del KATAMAX tienen todos el mismo volumen de catalizador interno

(50,8 cm³), el catalizador fue distribuido igualmente usando 9 elementos KATAMAX en cada una de las secciones B,C,D,E,F, y G como se muestra en la FIGURA. 1. La transición de la alquilación de rango detergente a la regeneración de catalizador se hace al detener la inyección de la mezcla parafina/olefina con C₁₀-C₁₄ y remplazarla con C₈-C₁₆ aunque se mantiene el índice de flujo de benceno y el índice de reflujo en la base de la columna. La regeneración in situ a contracorriente es lograda elevando la presión de la columna entre cerca de 841844.66 (125) a 1723680.32 Pa (250 psig) mientras se mantiene el flujo de benceno a un índice relativamente bajo con alto reflujo. Una vez que la presión de la columna y el reflujo del benceno se vuelven estables nuevamente, la parafina es inyectada desde el tanque de almacenamiento 1. La alimentación de parafina es bombeada desde un tanque de almacenamiento 1 a un índice controlado usando la bomba 2, la válvula de control 3 y el sensor de flujo de masa 4.

La alimentación de parafina pasa por un lecho 5 de tamiz molecular 4A donde se seca, y luego a través del precalentador 6 en donde la temperatura se ajusta para casar con la temperatura de reflujo medida al interior de

la columna en el punto de inyección. La temperatura se monitorea y se ajusta hacia arriba para casar con la temperatura de reflujo a medida que la composición de parafina en la columna se incrementa. El punto de inyección de parafina es convenientemente el mismo punto que el de alimentación de olefina, esto es, justo por encima de los elementos catalizadores KATAMAX en la sección B, que esta justo debajo de la sección A, La zona de rectificación que separa y refluye el hidrocarburo aromático (el cual, en cada uno de los ejemplos, es benceno). Las temperaturas de inyección del benceno en la base de la columna y en el punto de inyección del reflujo de benceno se ajustan hacia arriba para casar con el incremento en la temperatura de reflujo a medida que el contenido de parafina se incrementa. La regeneración de esta manera a contracorriente se mantiene durante cerca de 8 a cerca de 36 horas, dependiendo de parámetros tales como el tipo de catalizador que esta siendo utilizado y el grado en el cual este se desactiva.

Luego de la regeneración, se logra la transición de regreso al modo de alquilación al detener el flujo de parafina aunque se mantiene o se ajusta el flujo del hidrocarburo aromático en la base del lecho catalizador

para mantener el hidrocarburo aromático en reflujo. La temperatura de columna se le permite enfriarse regresando a la temperatura de reacción de alquilación, mientras que en el hidrocarburo aromático se mantiene la condición de reflujo. Esto se lleva a cabo generalmente al disminuir gradualmente la presión de columna de nuevo a la presión a la cual tiene lugar la reacción de alquilación. El reflujo del hidrocarburo aromático actúa para enfriar relativamente de manera rápida la columna.

A la temperatura apropiada, la materia prima de olefina puede ser reintroducida una vez que se inicia el proceso de alquilación. En el ejemplo que se da enseguida, como en la solicitud referenciada, la alimentación de olefina preferida establecida es una materia prima de parafina/olefina derivada de un proceso de deshidrogenación de parafina. La mezcla de olefina/parafina que es bombeada desde el tanque de almacenamiento de alimentación 1 a un índice controlado, es pasada a través de un lecho 5 de tamiz molecular 4A en donde se seca y luego a través del precalentador 6, en donde la temperatura se ajusta para casar con la temperatura de reflujo medida al interior de la columna en el punto de inyección. La temperatura de inyección es

monitoreada y ajustada hacia arriba para casar con la temperatura de reflujo medida al interior de la columna de destilación en el punto de inyección. El punto de inyección de alimentación de olefina esta justamente por encima de los elementos catalizadores KATAMAX en la sección B, que es justo debajo de la sección A, la zona de rectificación que separa y refluye el hidrocarburo aromático (el cual, en cada uno de los ejemplos, es benceno).

El hidrocarburo aromático es bombeado desde el tanque de almacenamiento 11 usando la bomba 12, con flujo controlado por la válvula de control 13 y monitoreado usando el medidor de flujo de masa 14. Antes de la inyección en hidrocarburo aromático es también pasado a través de un secador de tamiz molecular y es calentado hasta cerca de 5-10° C por debajo de su punto de ebullición a la presión de columna interna experimental. Así es inyectado como un líquido, pero generalmente se quema rápidamente debido al calor desde el líquido y al vapor que se eleva del rehervidor. Como se ilustró en la Fig. 1, el punto de inyección 17 del hidrocarburo aromático esta en la base de la sección G, pero encima de la zona de rectificación (sección H) que esta

196
~~197~~

inmediatamente por encima del rehervidor 40. Este es el punto de inyección principal y establece el flujo de contracorriente del hidrocarburo aromático con la olefina que desciende como líquido desde su punto de inyección 7 (por encima del catalizador en la sección B).

El hidrocarburo aromático empleado en el ejemplo era benceno. El vapor de benceno en la columna es tomado de arriba y se condensa en el enfriador 19 y se acumula en la vasija 20. El benceno acumulado es reinyectado como reflujo en el punto 21 en la zona de rectificación A. como se apreciara por aquellos versados en la técnica, esto puede ser a través del control de nivel desde la vasija acumuladora 20 o sobre control de flujo a la columna junto con una corriente que remueve el exceso de almacenamiento de benceno en el tanque 25 usando los aparatos de monitoreo y control de flujo apropiados.

La presión de operación deseada se ajusta y mantiene usando control en cascada con la inyección de nitrógeno apropiado y la ventilación hacia dentro y hacia fuera del tanque acumulador 20. Las dos configuraciones de columna ilustradas en el dibujo fueron también usadas en el ejemplo. Las dos columnas fueron operadas como una por

medio de calentadores y válvulas de control de flujo. El vapor de benceno, en la medida en que sale de la sección E y fluye entre las columnas, se mantiene a la temperatura y presión apropiadas por medio de una línea de transporte de vapor controlada y calentada eléctricamente 26. El vapor de benceno ingresa en la base de la sección D de la columna en el punto 27 y continúa a través de los segmentos D; C y B. El flujo entre las columnas se controla en la válvula de control 23 usando una presión diferencial relativamente baja, usualmente cerca de 13789.51 Pa (2 psig).

La olefina y la parafina que no reaccionaron, lo mismo que el producto alquilado crudo, cualquier subproducto y el benceno de fase líquida se acumulan en la vasiija 30, por debajo de la sección D, se enfrían en 35, y se bombean a la parte superior de la sección E sobre el control del nivel. El líquido de la bomba 32 se recalienta en 34 hasta precisamente la temperatura de reflujo de la columna en el punto de inyección 35. El líquido entonces continua descendiendo por la zona catalizadora (secciones E, F y G hacia la zona de rectificación H y al rehervidor 40. El producto de alquil benceno lineal crudo, parafina, decantados de peso

198
12/1

molecular mayor y niveles de trazas de olefinas sin raccionar, si se encuentran presentes, son removidos a través del rehervidor 40 sobre el control de nivel y bombeados para almacenamiento en el tanque 45.

Hay dos puntos de muestra de fase líquida en los cuales fueron recolectados los datos sobre el producto alquilado crudo, como se establece en las tablas 1 y 2. El punto de muestra A es el producto final después de pasar a través de todas las secciones catalizadoras. El punto de muestra B es un producto intermedio que representa el 50% del tiempo de residencia del catalizador. Un tercer punto de muestra, no mostrado, puede estar en la base del acumulador superior de benceno 20, éste puede ser usado para medir la pureza del benceno.

EJEMPLO 1

Una característica única de la unidad de destilación reactiva de la presente invención es la habilidad para regenerar el catalizador in situ en un conjunto de condiciones de regeneración que son en general más suaves que aquellas requeridas para regenerar un reactor catalítico de lecho fijo de flujo tapón. Típicamente el

199
200

proceso de lecho fijo requiere el uso de benceno puro para ser mantenido en la fase líquida a 3447378,64 Pa (500 psig) y 250° C de temperatura de regeneración.

Un ejemplo de desactivación del catalizador y regeneración posterior para el proceso de destilación reactiva fue conducido como sigue. Unos 1379.27 g de TOSOH 330Y fue cargado en elementos de empaque estructurados 54 KATAMAX y colocados en la columna de destilación reactiva mostrada en la Fig. 1. El rehervidor fue cargado con benceno y la columna fue llevada a reflujo con benceno a una presión de columna entre 344737,86 - 358527,38 Pa (50-52 psig). La alimentación de parafina/olefina mostrada en la Fig. 1 como alimentación a la sección B fue iniciada en 50 g/min. La inyección de benceno en la base de la columna, sección G, fue mantenida en 10 g/min. La columna de destilación reactiva fue operada en condiciones listadas en la tabla 2. Las muestras del producto líquido fueron removidas a partir de dos puntos de muestras. El punto de muestra A es producto líquido enfriado removido del rehervidor y representa la conversión total en la columna de destilación reactiva. El punto de muestra B es una muestra de líquido enfriado removido del acumulador

200
P

intermedio en la base de la columna, sección D. Este punto de muestra representa la conversión al 50% del volumen del catalizador. El catalizador ácido sólido de zeolita TOSOH 330 Y fue operado por la condición mostrada en la tabla 2 durante un total de 118.5 horas sobre corriente. Durante este periodo de operación el TOSOH 330 Y experimentó una desactivación significativa. La conversión en el punto B fue inicialmente de 99,96% con un índice de bromo residual en el benceno crudo, la parafina/olefina y el producto alquilado de 1,1 cg/g. El catalizador en la sección B, C, y D experimentó una desactivación significativa a medida que la conversión cayó a 24,7% (índice de bromo 2185) en 118,5 horas sobre corriente. Las secciones E, F y G similarmente experimentaron desactivación de la conversión al 100% (índice de bromo no detectable) a 88,8% de conversión con un índice de bromo residual de 829 cg/g. El catalizador se desactiva desde la parte superior hacia la inferior en la columna de destilación. Después de 118,5 horas sobre corriente, la mezcla parafina/olefina fue discontinuada y la columna refluyó benceno a 134° C durante 2 horas como el alquilado crudo a medida que el alquilado crudo se lavó del lecho catalizador en el rehervidor. Durante este periodo la alimentación de parafina/olefina en el tanque

201
202
✓

de almacenamiento fue reemplazada con una alimentación de parafina del mismo peso molecular y distribución del número de carbono como se muestra en la tabla 1. La contrapresión de columna se incrementada a 861844,66 Pa (125 psig) y el reflujo de benceno se estabiliza en 861844,66 Pa (125 psig). Una temperatura de columna uniforme de solamente 172°-175° C se logra con el reflujo de benceno a una contrapresión de 861844,66 Pa (125 psig). La inyección de parafina se inicia en 50 g/min por medio de H101 en un punto justo por encima de la primera sección que contiene el empaque estructurado de catalizador. La inyección de parafina en contracorriente altera la composición en la columna lo que incrementa la temperatura de reflujo. El flujo de parafina en contracorriente establece un perfil de temperatura de regeneración como se muestra en la Fig. 2. Este incrementa el perfil de la temperatura de la columna desde los 172-175° C uniformes con reflujo de benceno al rango de 187° a 205° C. el calentamiento adicional fue aplicado a la columna por medio de calentadores de piel para poder alcanzar la temperatura de regeneración de 200° C a 861844,66 Pa (125 psig). El calentamiento adicional es requerido para lograr la temperatura de regeneración debido al límite de presión superior

2623
28

mecánica sobre la columna de destilación reactiva. Las condiciones de regeneración usadas en este ejemplo son índices de parafina: 50 g/min, índice de benceno 10 g/min, contrapresión de columna 861844,66 Pa (125 psig), y benceno puesto sobre reflujo total en la parte superior de la columna. Esta regeneración de parafina en contracorriente fue mantenida durante 24 horas. El número de horas puede variar entre 8 a 36 horas dependiendo del grado de desactivación del catalizador. Luego de la regeneración, el flujo de parafina se detiene, la columna se enfria y la presión se reajustó a una presión de reacción de 344737,86 Pa (50 psig) en un reflujo de benceno. Una vez que la columna esta estable a 344737,86 Pa (50 psig) y bajo reflujo de benceno, la alimentación de parafina/olefina es restablecida en la parte superior de la sección G. El análisis de las muestras de líquido a partir de los puntos de muestras A y B confirma que el catalizador ha sido completamente regenerado.

203
204Tabla 1

Análisis de capilaridad GC de la alimentación parafina/olefina		
Alimentación	A	B
	Peso en %	Peso en %
< C ₁₀	0	0
C ₁₀	1,53	1,98
C ₁₁	3,85	3,71
C ₁₂	3,83	3,83
C ₁₃	2,45	2,44
C ₁₄	0,33	0,36
C ₁₅	0	0
Olefina total	11,99	12,35
Parafina		
lineal		
< C ₁₀	0,18	0,07
C ₁₀	14,42	19,09
C ₁₁	31,84	29,72
C ₁₂	26,43	24,88
C ₁₃	14,42	13,25
C ₁₄	0,62	0,48
C ₁₅	0,19	0,2
Parafina total	88,1	87,69
Peso molecular promedio (g/mol)	163,6	162,9
No. de Bromo (Cg/g))	10,8	10,4

Tabla 2

Tiempo sobre la corriente (h)	Punto de muestra B conversión de olefina %	Punto de muestra B Índice de bromo (cg/g)	punto de muestra A conv, de Olefina %	punto de muestra A Índice de bromo (cg/g)	Índice de inyección de parafina + olefina (g/min)	Índice de inyección de alimentación de benceno (g/min)	Presión de columna (psig) Pa	Temperatura de la zona de catalizador promedio (° C)	Índice de inyección de benceno en reflujo (g/min)	Proporción en moles de fase líquida de benceno/olefina
5	100	0	99,96	1,1	50,5	10,1	52 358527,38	144	194	57
7	99,94	4,2	85,3	375	49,9	9,8	52 358527,38	144	192	54
25	99,9	5	83,6	410	49,9	10,1	52 358527,38	140	127	91
28	100	3	83,6	426	49,9	10,0	52 358527,38	144	211	72
31	100	1	83,9	450	49,7	9,8	52 358527,38	144	176	54
52	100	1	28,9	2347	49,7	10,0	51 351632,62	144	163	46
54	100	1	28,3	2151	49,5	10,0	51 351632,62	141	146	53
84,5	95,6	309	18,9	2351	49,8	9,8	51 351632,62	143	167	55
88,5	95,6	293	20,6	2222	49,5	9,8	51 351632,62	144	172	59
89,5	96,5	216	12,0	2199	50,1	10,1	52 358527,38	144	171	58
116,5	84,5	1056	20	2080	50,1	10	52 358527,38	144	177	62
118,5	88,8	829	24,7	2185	50,1	9,8	52 358527,38	144	177	65
Regeneración durante 24 horas a 187-205° C usando parafina y benceno en Contracorriente										

2045

6	100	1	100	1	49,7	10	50	141	85	30
8	100	1	100	1	49,7	9,9	50	141	68	27
10	100	1	98,3	27	49,6	9,8	50	141	61	25

2052
 502
 1000

206
~~207~~

Ejemplo 2

La inyección de parafina por encima del catalizador es un medio de incrementar la temperatura de regeneración en régimen estacionario en la columna de destilación reactiva. Esta inyección de parafina suministra un incremento de temperatura lo mismo que acción de lavado adicional para transportar los subproductos sobre el catalizador y transferirlos al rehervidor. Este efecto de incrementar la temperatura de regeneración con inyección de parafina puede ser aplicado a presión mayor y continuará logrando una ventaja paso a paso para alcanzar la temperatura de regeneración mayor a una presión de columna de destilación dada. Este efecto puede ser modelado para determinar la extensión de la ventaja más allá del límite de presión de la columna de destilación reactiva experimental mostrada en la Fig. 1. la tabla 3 y la Fig. 3 comparan datos experimentales a 861844,66 Pa (125 psig), 50 g/min de inyección de parafina con C_{10} - C_{13} por encima del lecho de catalizador, y 10 g/min de benceno inyectado por debajo del lecho en la base de la sección G con destilación, simulación usando el ASPEN Plus 10.1. Las condiciones de simulación son idénticas a las condiciones operativas experimentales con n-dodecano

207
2000

usado para simular la parafina inyectada. El lecho catalizador descansa entre las etapas 6 y 18 para la simulación. El rango de presión de 861844,66 Pa (125 psig) esta dentro del límite mecánico de la columna de destilación reactiva mostrada en la Fig.1. la Fig.3 muestra una buena correlación entre los datos experimentales y la simulación. La ventaja de la inyección de la parafina en contracorriente y del benceno en reflujo puede ser mostrada por simulaciones adicionales a contrapresiones de columna mayores. Estas simulaciones a presión mayor usando ASPEN Plus 10.1, fueron todas conducidas con inyección de n-dodecano a 50 g/min, inyección de benceno a 10 g/min de en la sección G y a reflujo de benceno total. Los datos para las simulaciones de presión mayor son mostrados en la tabla 4 y graficados en la Fig. 4. La simulación a 1241056,31 Pa (180 psig) muestra que se logrará una temperatura de regeneración a 200° C. El incremento de presión a 1792636,89 Pa (260 psig) puede lograr una temperatura de regeneración de 224° C. incrementando la contrapresión de columna hasta 370° C se logrará una temperatura de regeneración de 250° C. Las simulaciones indican que la combinación de una inyección de parafina en contracorriente con el reflujo de benceno logrará

208
~~208~~

incrementar la temperatura de regeneración entre 8 a 12° C., mientras se mantiene una temperatura uniforme en la zona de catalizador colocada entre las etapas 6 y 18. El reflujo de benceno total también suministra la máxima concentración de benceno de fase líquida en la zona del catalizador. La regeneración comercial del proceso en lecho fijo requiera presiones de reactor de 3447378,64 Pa (500 psig) para mantener el benceno en la fase líquida para poder lograr una temperatura de regeneración de 250° C.

20/10/21
 11:00 AM

Tabla 3					
Puntos de temperatura en la columna de destilación reactiva	Número de simulación de etapa	Simulación de benceno	Simulación de regeneración de parafina + benceno	Perfil de reflujo de benceno experimental	Perfil de regeneración experimental de parafina + benceno
Temperatura de vapor	1	170,379	170,379	171,379	167,8276
	2	170,379	170,379		
	3	170,379	170,380		
	4	170,379	170,387		
DA-220-1	5	170,380	170,634	173,439	173,3027
	6	170,388	178,316		
DA-220-2	7	170,388	178,317	173,355	179,8502
	8	170,388	178,317		
DA-220-3	9	170,388	178,317	173,138	180,136
	10	170,388	178,317		
DA-220-4	11	170,388	178,317	170,337	178,9793
	12	170,388	178,317		
TI-215	13	170,388	178,317	174,791	181,7515
	14	170,388	178,317		
DA-210-1	15	170,388	178,317	174,700	187,0356
	16	170,388	178,318		
DA-210-2	17	170,388	178,318	174,719	191,2626
	18	170,388	178,318		
DA-210-3	19	170,388	178,320	176,403	195,5427
	20	170,388	178,382		
	21	170,388	179,122		
	22	170,388	187,080		
	23	170,393	230,409	176,306	204,8719
Temperatura del rehervidor	24	170,561	291,900	175,140	265,1487

Tabla 4

Simulación en ASPEN Plus 10.1 del efecto de la inyección de parafina en la parte superior del lecho catalizador (por encima de la etapa 6) como una función de la contrapresión de columna

Etapa de destilación de columna	Benceno en reflujo a 125 psi ¹	Parafina + benceno a 125 psi	Incremento de la temperatura del catalizador (C)	Benceno en reflujo a 180 psi ²	Parafina + benceno a 180 psi	Incremento en la temperatura en el catalizador (C)	Benceno en reflujo a 260 psi ³	Parafina + benceno a 260 psi	Incremento de la temperatura en el catalizador (C)	Benceno en reflujo a 370 psi ⁴	Parafina + benceno a 370 psi	Incremento de la temperatura en el catalizador (C)
Top 1	170,38	170,38	0,00	191,01	191,19	0,18	214,27	214,28	0,00	238,57	238,57	0,00
2	170,38	170,38	0,00	191,01	191,19	0,18	214,27	214,28	0,00	238,57	238,57	0,00
3	170,38	170,38	0,00	191,01	191,19	0,18	214,27	214,28	0,00	238,57	238,57	0,00
4	170,38	170,39	0,01	191,01	191,20	0,19	214,27	214,30	0,02	238,57	238,61	0,04
5	170,38	170,63	0,25	191,01	191,54	0,52	214,27	214,79	0,51	238,57	239,34	0,77
6	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,27	224,34	10,07	238,57	250,32	11,76
7	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,28	224,34	10,07	238,57	250,32	11,76
8	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,28	224,34	10,07	238,57	250,32	11,76
9	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,28	224,34	10,07	238,57	250,32	11,76
10	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,28	224,34	10,07	238,57	250,32	11,76
11	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,28	224,34	10,07	238,57	250,33	11,76
12	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,28	224,34	10,07	238,57	250,34	11,77
13	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,28	224,34	10,07	238,57	250,42	11,85
14	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,28	224,34	10,07	238,57	250,85	12,28
15	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,28	224,34	10,07	238,57	253,09	14,52
16	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,28	224,34	10,07	238,57	263,78	25,21
17	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,28	224,35	10,07	238,57	304,99	66,42
18	170,38	178,32	7,93	191,01	199,90	8,89	214,28	224,39	10,12	238,57	364,42	125,86
19	170,38	178,32	7,94	191,01	199,91	8,89	214,28	224,70	10,43	238,57	410,14	171,57
20	170,38	178,32	8,00	191,01	199,92	8,91	214,28	226,83	12,56	238,57	446,67	208,11
21	170,38	179,12	8,74	191,01	204,99	13,97	214,28	239,46	25,19	238,57	466,16	227,59
22	170,38	187,08	16,70	191,01	235,15	44,14	214,28	288,01	73,73	238,56	477,54	238,97
23	170,38	230,41	60,03	191,01	299,93	108,91	214,28	350,28	136,01	238,56	482,38	243,82
Rehervidor	170,38	291,90	121,52	191,01	335,39	144,37	214,28	373,54	159,26	238,56	484,47	245,91
24								383,44	169,17	238,58	485,40	246,82

210

211
212

Los datos en la tabla 4 muestran que a índices de reflujo de benceno altos que logran una composición de benceno mayor de 80 moles % en la columna, la inyección de parafina suministra un incremento inesperado en la temperatura de 7 a 15° C en todas las presiones a partir de 861844,66 Pa (125 psig) hasta 2551060,19 Pa (370 psig). Esto confirma los resultados experimentales del ejemplo 2 como se ve en la tabla 3.

Ejemplo 3

También puede usarse otro modo de operación de columna para lograr altas temperaturas de regeneración sin incrementos significativos en la presión de la columna. Este modo de operación también usa inyección de parafina en contracorriente en la parte superior del lecho catalizador e inyección de benceno por debajo del catalizador pero mantenido en reflujo. Una ventaja inesperada significativa de reducir el índice de reflujo de benceno con la inyección de parafina se observó por medio de la simulación ASPEN. Las temperaturas de regeneración objetivo en el rango de 200° a 250° C pudieron lograrse reduciendo el reflujo de benceno desde 150 g/min bajando a 18 g/min mientras se mantenían las

2/2
~~2/2~~
/

composiciones molares de benceno en fase líquida de 50% a 87% en la zona catalizadora. El ASPEN Plus 10.1 usando un modelo RAD FRAC fue usado para determinar la composición en la columna de destilación y la temperatura en la zona catalizadora. La simulación de datos se resume en la tabla 5 y se grafican en las Figs. 5 y 6. Los datos muestran que una temperatura de regeneración de régimen estacionario de 200° C en el lecho catalizador (etapa 6 a etapa 18) se logró mientras se mantenía una fracción molar de fase líquida de benceno de 67 moles %. Esta composición de la columna y la temperatura se lograron a un índice de reflujo de 54 g/min en la parte superior de la columna. Similarmente, una temperatura de regeneración de 223° C se logra con una reducción adicional del reflujo de benceno a 18 g/min aunque todavía se mantiene una composición de benceno molar de fase líquida de 49 moles % en la zona del catalizador. Estas composiciones pueden ser mantenidas durante las 8 a 36 horas requeridas para regenerar el catalizador.

213
2/1

Tabla 5						
Simulación en ASPEN Plus 10.1 RAD FRAC del reflujo de n-dodecano y benceno en contracorriente a 125 psig, 50 g/min C12,10 g/min de benceno.						
	Índice de reflujo de benceno 150 g/min		Índice de reflujo de benceno 54 g/min		Índice de reflujo de benceno 18 g/min	
Número de etapa de simulación	Temperatura interna (C)	Fracción en moles de benceno líquido	Temperatura interna (c)	Fracción en moles de benceno líquido	Temperatura interna (c)	Fracción en moles de benceno líquido
1	176,51	1,00000	176,04	0,99998	176,04	0,99994
2	176,51	1,00000	176,05	0,99974	176,08	0,99932
3	176,52	1,00000	176,23	0,99686	176,54	0,99193
4	176,53	0,99985	178,38	0,96204	182,08	0,90344
5	176,87	0,99461	200,69	0,67613	223,78	0,49139
6	186,55	0,87617	200,69	0,67613	223,78	0,49139
7	186,55	0,87618	200,69	0,67613	223,78	0,49139
8	186,55	0,87618	200,69	0,67613	223,78	0,49140
9	186,55	0,87617	200,69	0,67613	223,78	0,49141
10	186,55	0,87617	200,69	0,67615	223,77	0,49147
11	186,55	0,87617	200,68	0,67623	223,74	0,49164
12	186,55	0,87618	200,65	0,67657	223,66	0,49220
13	186,55	0,87618	200,62	0,67685	223,59	0,49264
14	186,55	0,87618	200,62	0,67686	223,58	0,49269
15	186,55	0,87618	200,62	0,67687	223,56	0,49286
16	186,55	0,87618	200,61	0,67694	223,48	0,49338
17	186,55	0,87618	200,58	0,67724	223,22	0,49510
18	186,55	0,87617	200,43	0,67865	222,36	0,50088
19	186,55	0,87616	199,78	0,68514	419,41	0,52122
20	186,72	0,87450	199,87	0,68420	219,46	0,52084
21	186,28	0,85885	200,40	0,67896	219,76	0,51876
22	201,14	0,75098	203,30	0,65123	221,34	0,50780
23	250,36	0,49332	217,20	0,53703	229,26	0,45651
24	306,20	0,30367	258,66	0,30356	258,66	0,30356

Como puede verse en la tabla 5, a presiones de operación tan bajas como 861844,64 (125 psig) y con suficiente inyección de parafina, uno puede lograr un incremento

214/6
2/2

significativo en la temperatura de regeneración de la columna reduciendo el índice de reflujo de benceno pero todavía manteniendo concentraciones significativas y necesarias de benceno en la columna. Así, como puede verse en los datos de la tabla 5, una reducción de la concentración de benceno de 87 moles % a 50 moles % cambiará la temperatura de regeneración en la columna entre 186° C cerca de 250° C.

Como se anota en lo anterior, la inyección de parafina en contracorriente permite una selección y adaptación de las condiciones de regeneración para adecuar un catalizador dado. Algunos catalizadores pueden requerir mayores concentraciones de benceno a una temperatura de regeneración dada. Esas condiciones pueden ser logradas con inyección de parafina y al ajustar el índice de reflujo de benceno. Así, uno puede lograr temperatura de regeneración a presiones más bajas y todavía mantener una composición adecuada de benceno.

Las modificaciones de los aparatos, procedimientos y condiciones descritos aquí que todavía involucren el concepto de las mejoras descritas deben deducirse fácilmente de ellas mismas para aquellos versados en la

Lo que se reivindica es:

1. Un proceso para la regeneración de un catalizador ácido sólido de alquilación en un proceso de alquilación por destilación reactiva que tiene lugar en una columna de destilación presurizada que incluye una zona de reacción del catalizador intermedia que tiene soportado allí un catalizador ácido sólido de alquilación, una primera zona de rectificación en la parte superior de la columna de destilación y una segunda zona de rectificación que incluye un rehervidor por debajo de dicha zona de reacción del catalizador, en donde por lo menos una porción de una materia prima que contiene olefina es puesta en contacto con por lo menos una porción de una materia prima de hidrocarburo aromático en flujo de contracorriente dentro de la zona de reacción del catalizador, en donde la presión interna en la zona de reacción del catalizador se mantiene por encima de 190,9 kPa y la temperatura mantenida a reflujo de dicha materia prima de hidrocarburo aromático comprende:

2170

no

A. cesar periódicamente la introducción en la columna de destilación de materia prima que contiene olefina mientras se continúa el flujo del materia prima de hidrocarburo aromático e introducir dentro de la columna materia prima de parafina en un punto tal que la materia prima de parafina se entremezcle en flujo a contracorriente con la materia prima de hidrocarburo aromático no reaccionada en reflujo a medida que este fluye a través de catalizador para remover los subproductos del catalizador;

B. ajustar el índice de reflujo de dicho hidrocarburo aromático para lograr una temperatura deseada en la zona de reacción de catalizador por encima de cerca de 175°C a presión de operación de columna dentro del rango entre 861844,66 Pa (125) a 2551060,19 Pa (370 psig).

C. separar dichos subproductos de dicha parafina e hidrocarburo aromático en dicha segunda zona de rectificación; y

218
2/2

D. remover dichos subproductos de dicha zona de rectificación.

2. El proceso de la reivindicación 1 en donde dicha segunda zona de rectificación incluye un rehervidor y dichos productos intermedios son removidos desde dicho rehervidor.
3. El proceso de la reivindicación 1 en donde la introducción de materia prima de parafina es tal que el porcentaje en moles del hidrocarburo aromático en la zona de catalizador se mantiene entre 40% al 90%.
4. El proceso de la reivindicación 1 en donde la regeneración se lleva a cabo por un periodo de entre 8 a 36 horas.
5. El proceso de la reivindicación 1 en donde dicho materia prima de parafina comprende parafinas con C_4 a C_{16} .

Resumen

Un proceso unificado que cumple un proceso único de regeneración de catalizador in situ con una destilación reactiva continua bajo presión para la alquilación de hidrocarburos aromáticos livianos tales como benceno con olefinas C_2-C_{30} usando un catalizador ácido sólido de alquilación soportado en la zona de reflujo (21) de una columna de destilación (sección A). La regeneración periódica del catalizador (secciones E, F y G) se lleva a cabo con una inyección contra corriente de una parafina con C_4-C_{16} (35) por debajo de la zona de rectificación de benceno en la parte superior de la columna, pero por encima de la zona de catalizador aunque el material de reacción de hidrocarburo aromático (17) se inyecta continuamente en un punto por encima de una zona de rectificación en la base de la columna donde el compuesto aromático se separa de la parafina y los subproductos se lavan del catalizador. El uso de la parafina con C_4-C_{16} con el aromático a una fracción molar en el rango de 40 a 90% permite una temperatura de regeneración entre 175 a 250° C. que se logra y mantiene al ajustar la presión de

221
222

2000

columna y el índice de reflujo aromático. Presiones significativamente bajas, del orden de 861844,66 Pa (125) a 2551060,19 Pa (370 psig), se requieren para lograr la temperatura de regeneración que de otra manera se requeriría con el uso solamente del hidrocarburo aromático para diluir y lavar los subproductos de las superficies catalizadoras.

SUPERINTENDENCIA DE INDUSTRIA Y COMERCIO
DIVISION DE NUEVAS CREACIONES

Radicación No.
Clasificación Internacional (IPC):
Concepto Técnico No.

Patente de Invención ☒ Patente de Modelo de Utilidad ☐
Vía Nacional ☐
Vía PCT (fase nacional) ☒ Cap.I ☐ Cap. II ☒
No. Sol. Internacional PCT/US03/01432
Fecha de Presentación Internal. 16 de enero de 2003

Como resultado del examen definitivo, realizado con fundamento en el artículo 48 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina, se le comunica:

1. Documentos estudiados

- 1.1. Descripción: Folios: 40 a 78 tal como se radicó inicialmente
Folios 177 a 216 tal como se modificó el 20 de septiembre de 2007
- 1.2. Reivindicaciones: Folios 79 a 82 tal como se radicó inicialmente
Folios 217 a 220 tal como se modificó el 20 de septiembre de 2007
- 1.3. Dibujos: Folios 85 a 90 tal como se radicó inicialmente
- 1.4. Prioridad:
Fecha 5 de marzo de 2002
País Estados Unidos
Número 10/090859

2. Modificaciones (artículo 34 D.486 y art. 22 Tratado PCT)

Se aceptan todas las modificaciones realizadas por el solicitante el 20 de septiembre de 2007, toda vez que no amplían el objeto inicial de la solicitud.

3. Análisis de la Prioridad

Se aceptan las prioridades, toda vez que corresponden a la misma materia de la solicitud en estudio

4. Objeto de la invención

- Título de la solicitud (folio 177) *UN PROCESO DE ALQUILACIÓN POR DESTILACIÓN REACTIVA QUE INCLUYE LA REGENERACIÓN DEL CATALIZADOR IN SITU*
- Las reivindicaciones 1 a 7 de la solicitud en estudio se refieren a un proceso para la regeneración de un catalizador ácido sólido de alquilación en un proceso de alquilación por destilación reactiva que tiene lugar en una columna de destilación presurizada que incluye una zona de reacción del catalizador intermedia que tiene soportado allí un catalizador ácido sólido de alquilación, una primera zona de rectificación en la parte superior de la columna de destilación y una segunda zona de rectificación que incluye un rehervidor por debajo de dicha zona de reacción del catalizador, en donde por lo menos una porción de una materia prima que contiene olefina es puesta en contacto con por lo menos una porción de una materia prima de hidrocarburo aromático en flujo de contracorriente dentro de la zona de reacción del catalizador, en donde la presión interna en la zona de reacción del catalizador se mantiene por encima de 190,9KPa y la temperatura mantenida a reflujo de dicho material de alimentación de hidrocarburo aromático comprende: (A). cesar periódicamente la introducción en la columna de destilación del materia prima que contiene olefina mientras se continúa el flujo de materia prima de hidrocarburo aromático e introducir dentro de la columna materia prima de parafina en un punto tal que la materia prima de parafina se entremezcle en flujo a contracorriente con la materia prima de hidrocarburo aromático no reaccionado en reflujo a medida que este fluye a través de catalizador para remover los productos intermedios del catalizador; (B.) ajustar el índice de reflujo de dicho hidrocarburo aromático para lograr una temperatura deseada en la zona de reacción de catalizador por encima de cerca de 175°C a presión de operación de columna dentro del rango entre cerca de 861844,66 Pa a 2551060,19 Pa (C). separar dichos subproductos de dicha parafina e hidrocarburo aromático en dicha segunda zona de rectificación; y (D). remover dichos subproductos de dicha zona de rectificación.
- El anterior procedimiento busca la regeneración in situ de catalizadores
- La Clasificación Internacional de Patentes (IPC) para esta solicitud es B01J38/50 Y C 07 B 37/00.

5. De la solicitud de Patente (según el caso)

5.1. Descripción (artículo 28 D. 486)

Realizadas las modificaciones a la descripción según los requerimientos realizados en el art. 45, la presente solicitud ya cumple con el requisito de claridad o divulgación completa en la descripción. Por lo anterior, la descripción sí cumple con lo establecido en el art. 28 de la Decisión 486.

5.2. Reivindicaciones (artículo 30 D 486)

Realizadas las modificaciones al capítulo reivindicatorio, este define, es claro y conciso y además está lo suficientemente sustentado por la descripción. Por lo anterior, las reivindicaciones sí cumplen con el art. 30 de la Decisión 486.

6. Unidad de invención (artículo 25 D 486)

El capítulo reivindicatorio estudiado se refiere a una invención o a un grupo de invenciones relacionadas que conforman un único concepto inventivo.

Por lo anterior, la presente solicitud cumple con el requisito de unidad de invención de acuerdo al art. 25 de la Decisión 486.

7. Es una invención (artículo 15 D 486 literal a)-f))

Estudiado el capítulo reivindicatorio, el objeto de la solicitud puede considerarse como invención por no encontrarse dentro de lo estipulado en el art. 15 de la Decisión 486.

8. Excepción a la patentabilidad (artículo 20 D486 literal a)-d))

Estudiado el capítulo reivindicatorio, el objeto de la solicitud no se encuentra dentro del alcance de las excepciones señaladas en la legislación, por lo que el objeto de la solicitud puede ser patentable de acuerdo a lo estipulado en el art. 20 de la Decisión 486.

9. Reivindicaciones relativas a un uso o a un segundo uso (artículos 14 y 21 D 486)

No se encuentran reivindicaciones de uso. El objeto de la solicitud corresponde a un procedimiento. Por lo anterior, la materia contenida en las reivindicaciones se considera como invenciones.

10. Determinación del Estado de la Técnica

- La fecha que se ha tenido en cuenta para determinar el estado de la técnica es *5 de marzo de 2002*
- Consultadas las bases de datos con que cuenta la oficina y las otras fuentes utilizadas para determinar el estado de la técnica no se encontró documento alguno relacionado con el objeto de la solicitud.

11. Análisis de patentabilidad (artículo 14 D486)

11.1. Novedad (artículo 16 D486)

- *De acuerdo con lo establecido en el numeral 10, no se encontró dentro del estado de la técnica, documento alguno que evidenciara la existencia de la invención.*
- *Por lo anterior se considera que la presente solicitud es novedosa de acuerdo a lo estipulado en el art. 16 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina.*

11.2. Nivel inventivo

- *De acuerdo a lo estipulado en el numeral 10, no se encontró documento alguno que afecte el nivel inventivo.*
- *Por lo anterior, se considera que la presente solicitud tiene nivel inventivo de acuerdo a lo estipulado en el art. 18 de la Decisión 486 de la Comisión de la Comunidad Andina.*

11.3. Aplicación industrial (artículo 19 D 486)

- *Estudiado el capítulo reivindicatorio, el objeto de la solicitud puede ser aplicado en la industria de alquiler.*
- *De acuerdo a lo anterior, el objeto de la solicitud cumple con el requisito de aplicación industrial.*

12. Conclusión

En consecuencia y por todo lo expuesto anteriormente, se recomienda **Conceder** las reivindicaciones: 1 a 7 (folios: 217 a 220).

Bogotá, D.C., 31 de octubre de 2007

CONCEPTO TECNICO No.	EXAMINADOR TECNICO
2126	Código No. 202003