



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS
ESPAÑA



⑪ Número de publicación: **3 002 662**

⑯ Int. Cl.:

C07C 7/00 (2006.01)
C07C 15/08 (2006.01)
C07C 7/13 (2006.01)
B01D 15/18 (2006.01)
C07C 7/04 (2006.01)
B01D 3/14 (2006.01)

⑫

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

⑯ Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **21.06.2019 E 19181580 (2)**

⑯ Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.09.2024 EP 3587384**

⑮ Título: **Procedimiento para producir paraxileno utilizando una etapa en lecho móvil simulado y una etapa de fraccionamiento mediante una columna de 3 cortes**

⑯ Prioridad:

29.06.2018 FR 1856050

⑯ Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

07.03.2025

⑯ Titular/es:

**AXENS (100.00%)
89 Bd. Franklin Roosevelt, B.P. 50802
92508 Rueil-Malmaison Cedex, FR**

⑯ Inventor/es:

**PREVOST, ISABELLE;
PIGOURIER, JÉRÔME M.;
MARTIN, PIERRE-YVES y
COTTE, ARNAUD**

⑯ Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

ES 3 002 662 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

Procedimiento para producir paraxileno utilizando una etapa en lecho móvil simulado y una etapa de fraccionamiento mediante una columna de 3 cortes

5 **CAMPO TÉCNICO**

10 El paraxileno se utiliza principalmente en la producción de ácido tereftálico y resinas de tereftalato de polietileno, para proporcionar textiles sintéticos, botellas y plásticos en general.

15 La presente invención se refiere a un procedimiento para producir paraxileno de gran pureza utilizando una secuencia específica de etapas que permite lograr una elevada producción de paraxileno.

20 **TÉCNICA ANTERIOR**

25 La producción de paraxileno de gran pureza mediante una etapa de separación por adsorción es bien conocida en la técnica anterior. Industrialmente, dicha etapa se lleva a cabo como parte de una secuencia de procedimientos denominada "circuito de C8-aromático" o "circuito de xileno". Este "circuito de C8-aromático" incluye una etapa de eliminación de los compuestos pesados (es decir, los que contienen más de 9 átomos de carbono, conocidos como C9+) en una columna de destilación denominada "columna de xilenos".

30 El flujo superior de esta columna, que contiene los isómeros C8-aromáticos, se envía a continuación al procedimiento de separación del paraxileno, que suele ser una etapa de separación por adsorción en lecho móvil simulado.

35 El extracto obtenido al final de la etapa de separación por adsorción en lecho móvil simulado, que contiene el paraxileno, se destila a continuación utilizando una columna de extracto y después una columna de tolueno, para obtener paraxileno de gran pureza.

40 El refinado obtenido al final de la etapa de separación por adsorción en lecho móvil simulado, rico en metaxileno, ortoxileno y etilbenceno, tras una etapa de eliminación del desorbente por destilación, se utiliza en una etapa de isomerización, lo que permite obtener una mezcla en la que la proporción de xilenos (ortho-, meta-, paraxilenos) se encuentra prácticamente en equilibrio termodinámico, y está empobrecida en etilbenceno. Esta mezcla se envía de nuevo a la "columna de xilenos" con materia prima nueva para producir paraxileno.

45 El documento FR2862638 describe un procedimiento para producir PX, en particular, un procedimiento que utiliza la metilación de tolueno y/o de benceno para producir selectivamente PX, en el que los flujos con diferentes cantidades de EB se tratan por separado en la recuperación de PX, o el lecho móvil simulado permite obtener tres flujos.

50 Optimizando los catalizadores de isomerización y las condiciones operativas, se pueden limitar las reacciones secundarias indeseables. Se ha establecido que, para favorecer la conversión del etilbenceno en xilenos, es preferible llevar a cabo la isomerización en fase de vapor a alta temperatura. Asimismo, también se sabe que la isomerización en fase líquida a baja temperatura minimiza las reacciones parásitas de craqueo, transalquilación y dismutación, y también limita la conversión del etilbenceno.

55 Los procedimientos de producción de paraxileno de gran pureza que implican dos etapas de isomerización son más complejos y conducen a unas ganancias limitadas en la producción de paraxileno. Para conseguir unas tasas de conversión de etilbenceno suficientemente altas, las condiciones operativas de la primera etapa de isomerización en fase gaseosa son rigurosas y van acompañadas de reacciones secundarias que provocan pérdidas de C8 aromáticos, lo que tiene un impacto importante en el rendimiento global de paraxileno.

60 La patente WO2016175898A1 describe un procedimiento para producir paraxileno a partir de una materia prima de hidrocarburo utilizando dos etapas de separación en lecho móvil simulado y dos etapas de isomerización. El inconveniente de este procedimiento es que requiere dos etapas de separación en un lecho móvil simulado, lo que conlleva un aumento significativo del coste de producción.

Las patentes FR 3023840 y FR3023841 describen procedimientos alternativos que comprenden dos etapas de separación en lecho móvil simulado y etapas unitarias de isomerización en las que las dos etapas de isomerización funcionan en serie o en paralelo en el circuito de refinado de la primera unidad de separación en lecho móvil simulado.

5 La patente FR 3023842 describe un procedimiento alternativo que comprende una etapa de adsorción en lecho móvil simulado y dos etapas de isomerización, en fase gaseosa por una parte y en fase líquida por otra, en el que las dos unidades de isomerización se alimentan con la misma materia prima procedente del fraccionamiento del efluente de la unidad de adsorción.

10 En el campo de la invención, los expertos en la materia buscan constantemente limitar los costes de inversión y los costes operativos de funcionamiento del circuito de xileno utilizado, aumentando al mismo tiempo la cantidad obtenida de paraxileno de gran pureza.

15 Sorprendentemente, la solicitante ha descubierto que la combinación en un procedimiento de producción de paraxileno de gran pureza de una etapa de separación por adsorción en SMB, con una etapa posterior de separación por destilación en una primera columna de destilación de 3 cortes que produce al menos dos refinados y dos etapas de isomerización, permite mejorar el rendimiento global de paraxileno del circuito aromático y minimizar el impacto económico.

20 Una ventaja del procedimiento según la presente invención es que consigue una elevada producción de paraxileno con poca contrapartida en términos de aumento de la capacidad, a diferencia de los procedimientos de la técnica anterior.

25 Otra ventaja de la invención es que presenta una gran flexibilidad que puede explotarse durante la operación, lo que permite adaptarse a los cambios en el rendimiento catalítico de cada etapa de isomerización realizada.

DEFINICIONES Y ABREVIATURAS

30 A lo largo de la descripción, los siguientes términos o abreviaturas tienen los siguientes significados.

35 A lo largo de esta descripción, debe entenderse que la expresión "comprendido(a) entre ... y ...", incluye los extremos mencionados.

40 La abreviatura EB significa etilbenceno.

45 Los xilenos (también conocidos como XYL) son una mezcla de al menos dos isómeros de xilenos elegidos entre ortoxileno, metaxileno y paraxileno.

50 La abreviatura SMB significa lecho móvil simulado, por sus siglas en inglés.

55 Los hidrocarburos C9+ son hidrocarburos que contienen al menos 9 átomos de carbono.

60 Los hidrocarburos C8+ son hidrocarburos que contienen al menos 8 átomos de carbono.

65 Los C8 aromáticos, también conocidos como C8A, son hidrocarburos aromáticos constituidos por 8 átomos de carbono, es decir, EB, PX, OX, MX y preferentemente EEB, OX, MX.

70 Por refinado entendemos una mezcla de C8A empobrecida en PX que puede contener desorbente, es decir, con un contenido en masa de PX inferior al 2,0 %, preferentemente inferior al 1,5 % y más preferentemente inferior al 1,0 %.

75 A los efectos de la presente invención, se entiende por "libre" un contenido en masa de un compuesto dado con respecto a la masa total de la fracción en cuestión, por ejemplo, para el EB, inferior al 0,5 % en peso, preferentemente inferior al 0,1 % y más preferentemente inferior al 0,01 %.

80 Por cantidad residual de un compuesto dado se entiende una cantidad cuyo contenido en masa con respecto a la masa total de la fracción en cuestión es inferior al 5,0 % en peso, preferentemente entre el 5,0 y el 1,0, más preferentemente entre el 4,0 y el 1,0, y más preferentemente entre el 3,0 y el 1,0 % en peso.

85 En la presente invención, los términos efluentes, refinados, flujos y fracciones se utilizan de forma equivalente.

Por columna de destilación de 2 y 3 cortes se entiende una columna de destilación que produce 2 y 3 fracciones, respectivamente.

BREVE DESCRIPCIÓN DE LA INVENCIÓN

5 La presente invención se refiere, por tanto, a un procedimiento para producir paraxileno a partir de una materia prima que contiene xilenos, etilbenceno e hidrocarburos C9+, que comprende

10 • una única etapa A de separación en lecho móvil simulado de dicha materia prima utilizando una zeolita como adsorbente y un desorbente, a una temperatura comprendida entre 20 y 250 °C, bajo una presión comprendida entre 1,0 y 2,2 MPa, y con una relación de volumen entre el desorbente y la materia prima en la unidad de separación en lecho móvil simulado comprendida entre 0,4 y 2,5; dicha etapa A permite obtener

15 • • una primera fracción A1 que contiene una mezcla de paraxileno y desorbente, y
• al menos una segunda fracción A2 o A21 que contiene etilbenceno (EB), ortoxileno (OX) y metaxileno (MX) y desorbente,

20 • una etapa B de fraccionamiento por destilación en al menos una primera columna de destilación B_C3 de dicha segunda fracción procedente de la etapa A, que permite obtener 3 fracciones:
• • una primera fracción B2 que contiene EB, OX y MX,
• una segunda fracción B3 que contiene OX y MX, y
25 • una tercera fracción B42 que contiene desorbente,

30 en la que la etapa A de separación permite obtener una tercera fracción A22 empobrecida en EB que contiene una mezcla de MX, OX y desorbente, dichas fracciones A21 y A22 se envían a la etapa B de fraccionamiento, la tercera fracción (A22) procedente de la etapa A se introduce en una segunda columna de destilación (B-C4) permitiendo obtener una fracción exenta de desorbente (B31) que contiene MX y OX, y una fracción B43 constituida por desorbente, la segunda fracción de (B3) se introduce en la etapa B de fraccionamiento en una segunda columna de destilación (B-C4), lo que permite obtener una fracción exenta de desorbente (B31) que contiene MX y OX, y una fracción B43 constituida por desorbente, la tercera fracción (A22) procedente de la etapa A se introduce en la segunda columna de destilación (B-C4) por debajo del punto de inyección lateral de la segunda fracción (B3) procedente de la primera columna de destilación (B-C3).

35 Preferentemente, la primera fracción B2 procedente de la etapa B presenta un contenido de EB superior al contenido de EB de la segunda fracción B3 de la primera columna B_C3 utilizada en la etapa B. Preferentemente, el contenido de EB de la primera fracción es al menos un 1,0 % superior al de la segunda fracción.

40 Preferentemente, la columna de destilación utilizada en la etapa B comprende entre 30 y 80 platos teóricos.

45 La etapa A de separación permite obtener además una tercera fracción A22 empobrecida en EB que contiene una mezcla de MX, OX y desorbente, enviándose dichas fracciones A21 y A22 a la etapa B de fraccionamiento.

50 La tercera fracción A22 procedente de la etapa A se introduce en una segunda columna de destilación B-C4, que permite obtener una fracción B31 exenta de desorbente que contiene MX y OX, y una fracción B43 compuesta por desorbente.

55 La segunda fracción de B3 se introduce en la etapa B de fraccionamiento en una segunda columna de destilación B-C4, que permite obtener una fracción B31 exenta de desorbente que contiene MX y OX, y una fracción B43 compuesta por desorbente.

60 Ventajosamente, la etapa de destilación B utiliza una columna que comprende una pared interna.

65 Según una variante no incluida en la invención, el procedimiento comprende además una etapa C de isomerización en fase de vapor de la primera fracción B2 procedente de una etapa de fraccionamiento que contiene EB, OX y MX.

Ventajosamente, el procedimiento comprende además una etapa D de isomerización en fase líquida de la fracción B31 que contiene OX y MX procedente de la segunda columna de destilación B_C4 utilizada en la etapa de fraccionamiento.

5 Ventajosamente, la etapa C de isomerización en fase de vapor se lleva a cabo a una temperatura superior a 300 °C, a una presión inferior a 4,0 MPa, a una velocidad espacial inferior a 10,0 h⁻¹, con una relación molar de hidrógeno/hidrocarburo inferior a 10,0, y en presencia de un catalizador que comprenda al menos una zeolita con canales cuya abertura esté definida por un anillo con 10 o 12 átomos de oxígeno (10 MR o 12 MR), y al menos un metal del grupo VIII con un contenido comprendido entre el 0,1 y el 0,3 % en peso.

10 Ventajosamente, el catalizador utilizado en la etapa C comprende del 1 al 70 % en peso de una zeolita del tipo estructural EUO, comprendiendo dicha zeolita silicio y al menos un elemento T elegido preferentemente entre aluminio y boro, cuya relación Si/T está comprendida entre 5 y 100.

15 Ventajosamente, la etapa D de isomerización en fase líquida se lleva a cabo a una temperatura inferior a 300 °C, a una presión inferior a 4,0 MPa, a una velocidad espacial inferior a 5,0 h⁻¹ y preferentemente comprendida entre 2,0 y 4,0 h⁻¹, y en presencia de un catalizador que comprenda al menos una zeolita con canales cuya abertura esté definida por un anillo con 10 o 12 átomos de oxígeno (10 MR o 12 MR), preferentemente dicha zeolita es del tipo ZSM-5.

20 BREVE PRESENTACIÓN DE LAS FIGURAS

25 La figura 1 representa un esquema general de un circuito de xilenos que incluye una etapa de separación por adsorción, una etapa de fraccionamiento, una etapa C de isomerización en fase de vapor y una etapa D de isomerización en fase líquida.

30 La figura 2a representa una etapa de destilación B de la técnica anterior del refinado procedente de la etapa A.

35 La figura 2b representa una primera variante de la etapa de destilación B del refinado procedente de la etapa A.

40 La figura 2c representa una segunda variante de la etapa de destilación B del refinado procedente de la etapa A.

45 La figura 3a representa la etapa de destilación B de dos refinados procedentes de la etapa A según la técnica anterior.

50 La figura 3b representa una variante, según la invención, de la etapa de destilación B de dos refinados procedentes de la etapa A.

DESCRIPCIÓN DETALLADA DE LA INVENCIÓN

45 Las características y ventajas del procedimiento según la invención se pondrán de manifiesto a partir de la siguiente descripción de ejemplos no limitativos de realizaciones, con referencia a la numeración de las realizaciones ilustradas en las figuras según la invención.

50 A efectos de la presente invención, las diversas realizaciones presentadas pueden utilizarse solas o combinadas entre sí, sin limitación alguna en cuanto a la combinación.

55 La presente invención se refiere, por tanto, a un procedimiento para producir paraxileno a partir de una materia prima que contiene xilenos, etilbenceno e hidrocarburos C9+, que comprende

- 55 • una única etapa A de separación en lecho móvil simulado de dicha materia prima utilizando una zeolita como adsorbente y un desorbente, a una temperatura comprendida entre 20 y 250 °C, bajo una presión comprendida entre 1,0 y 2,2 MPa, y con una relación de volumen entre el desorbente y la materia prima en la unidad de separación en lecho móvil simulado comprendida entre 0,4 y 2,5; dicha etapa A permite obtener
 - 60 • una primera fracción A1 que contiene una mezcla de paraxileno y desorbente, y
 - 65 • al menos una segunda fracción A2 o A21 que contiene etilbenceno (EB), ortoxileno (OX) y metaxileno (MX) y desorbente,
 - 70 • una etapa B de fraccionamiento por destilación en al menos una primera columna de destilación B_C3 de dicha segunda fracción procedente de la etapa A, que permite obtener 3 fracciones:

- - una primera fracción B2 que contiene EB, OX y MX,
 - una segunda fracción B3 que contiene OX y MX, y
 - una tercera fracción B42 que contiene desorbente, en la que la etapa A de separación permite obtener una tercera fracción A22 empobrecida en EB que contiene una mezcla de MX, OX y desorbente, dichas fracciones A21 y A22 se envían a dicha etapa B de fraccionamiento, la tercera fracción (A22) procedente de la etapa A se introduce en una segunda columna de destilación (B-C4) permitiendo obtener una fracción exenta de desorbente (B31) que contiene MX y OX, y una fracción B43 constituida por desorbente, la segunda fracción de (B3) se introduce en la etapa B de fraccionamiento en una segunda columna de destilación (B-C4), lo que permite obtener una fracción exenta de desorbente (B31) que contiene MX y OX, y una fracción B43 constituida por desorbente, la tercera fracción (A22) procedente de la etapa A se introduce en la segunda columna de destilación (B-C4) por debajo del punto de inyección lateral de la segunda fracción (B3) procedente de la primera columna de destilación (B-C3).

El procedimiento según la invención permite así obtener dos fracciones con proporciones diferentes de C8A al final de la etapa de fraccionamiento, aumentando así la proporción de isomerización de los xilenos en PX realizada por el catalizador que funciona en fase líquida y permitiendo limitar las pérdidas de C8A.

Etapa de separación A en lecho móvil simulado

Según la invención, el procedimiento comprende una única etapa A de separación en lecho móvil simulado (SMB) de una materia prima que contiene xilenos, etilbenceno e hidrocarburos C9+. Dicha etapa de separación en SMB se lleva a cabo utilizando una zeolita como adsorbente y un desorbente, para obtener al menos dos fracciones, una fracción A1, denominada también "extracto", que contiene una mezcla de paraxileno (PX) y desorbente, y una fracción A2, denominada también "refinado", que contiene etilbenceno (EB), ortoxileno (OX), metaxileno (MX) y desorbente.

La etapa de separación se lleva a cabo en una unidad que funciona en un lecho móvil simulado en al menos una columna de separación que contiene una pluralidad de lechos interconectados y desorbente circulante en un circuito cerrado, de donde se obtienen dos fracciones:

- la primera es un extracto A1 que comprende, preferentemente está constituido por, paraxileno y desorbente, de tal forma que tras el fraccionamiento para eliminar el desorbente, el PX alcanza una pureza comercial de al menos el 99,0 %, y preferentemente del 99,9 % en peso. Ventajosamente, el extracto A1 representa al menos el 30 % en peso de la masa total del extracto.
- la segunda fracción es un refinado A2 que contiene etilbenceno (EB), metaxileno y ortoxileno y desorbente. Preferentemente, el refinado está empobrecido en paraxileno, es decir, el contenido en masa de PX en dicho refinado es inferior al 1,0 %, y preferentemente inferior al 0,5 %.

Según la invención, se obtienen tres fracciones en la única etapa de separación en SMB,

- la primera es un extracto A1 que comprende, preferentemente está constituido por, paraxileno y desorbente, tras el fraccionamiento de este refinado se obtiene el PX con las especificaciones comerciales. Ventajosamente, el extracto A1 representa al menos el 30 % en peso de la masa total del extracto,
- dos fracciones A21 y A22 empobrecidas de paraxileno que contienen una mezcla de EB, MX, OX y desorbente en proporciones variables.

En esta realización, las fracciones A21 y A22 presentan diferentes proporciones de EB, MX y OX, de tal manera que el contenido de EB del corte CA8 de la fracción A21 es mayor que el contenido de EB del corte CAS de la fracción A22. Preferentemente, la fracción A21 empobrecida en PX contiene una mezcla de EB, MX, OX y desorbente, preferentemente el EB está en cantidad residual. Preferentemente, la fracción A22 empobrecida en EB y empobrecida en PX contiene una mezcla de MX, OX y desorbente.

Preferentemente, el adsorbente utilizado en la unidad de separación en lecho móvil simulado es una zeolita X tratada con bario o una zeolita Y tratada con potasio o una zeolita Y tratada con bario y potasio.

En una realización, se dice que el desorbente contenido en la materia prima tratada por el procedimiento según la invención es pesado, es decir, con un punto de ebullición superior al de los xilenos.

En otra realización, se dice que el desorbente contenido en la materia prima tratada por el procedimiento según la invención es ligero, es decir, con un punto de ebullición inferior al de los xilenos.

Preferentemente, el desorbente utilizado en la unidad de separación en lecho móvil simulado se elige entre paradietilbenceno, tolueno, paradifluorobenceno o dietilbencenos, solos o en mezcla.

5 Preferentemente, la relación de volumen entre el desorbente y la materia prima en la unidad de separación en lecho móvil simulado está comprendida entre 0,4 y 2,5, y preferentemente entre 0,5 y 1,5.

10 Preferentemente, la etapa A de separación en lecho móvil simulado se lleva a cabo a una temperatura comprendida entre 20 °C y 250 °C, preferentemente entre 90 °C y 210 °C, y aún más preferentemente entre 160 °C y 200 °C, y bajo una presión comprendida entre 1,0 y 2,2 MPa, y preferentemente entre 1,2 y 2,0 MPa.

15 Preferentemente, el adsorbedor contiene una pluralidad de lechos interconectados y distribuidos en varias zonas delimitadas por las inyecciones de materia prima y desorbente, así como extracciones del extracto y del o los refinados. Dependiendo del número de refinados, el adsorbedor contendrá preferentemente de 18 a 15 lechos.

15 Según una realización particular, el número total de lechos de la unidad de separación (SMB) está comprendido entre 10 y 30 lechos, y preferentemente entre 15 y 18 lechos distribuidos en uno o más adsorbedores, ajustándose el número de lechos de modo que cada lecho tenga una altura comprendida entre 0,70 m y 1,40 m.

20 Según una realización particular (ALT 0, ALT 1), la distribución de la cantidad de sólido adsorbente en cada zona de la unidad de separación (SMB) es la siguiente:

- la cantidad de sólido adsorbente en la zona 1 es del 17 % ± 5 %,
- la cantidad de sólido adsorbente en la zona 2 es del 42 % ± 5 %,
- la cantidad de sólido adsorbente en la zona 3 es del 25 % ± 5 %,
- la cantidad de sólido adsorbente en la zona 4 es del 17 % ± 5 %.

30 Según otra realización particular (ALT 2), la distribución de la cantidad de sólido adsorbente en cada zona de la unidad de separación (SMB) es la siguiente:

- la cantidad de sólido adsorbente en la zona 1 es del 18 % ± 8 %,
- la cantidad de sólido adsorbente en la zona 2 es del 41 % ± 8 %,
- la cantidad de sólido adsorbente en la zona 3A es del 18 % ± 8 %,
- la cantidad de sólido adsorbente en la zona 3B es del 14 % ± 8 %.
- la cantidad de sólido adsorbente en la zona 4 es del 9 % ± 8 %.

Etapa de fraccionamiento B

45 El procedimiento según la invención comprende una etapa B de fraccionamiento por destilación en al menos una primera columna de 3 cortes de la fracción A2 que contiene etilbenceno, ortoxileno y metaxileno y el desorbente procedente de la etapa A de separación. Dicha etapa B permite obtener

50 ▪ una primera fracción B2 que contiene, preferentemente está constituida por, EB, OX y MX, y
 ▪ una segunda fracción B3 que contiene OX y MX y EB, preferentemente constituida por OX y MX y una cantidad residual de EB, y
 55 ▪ una fracción B42 que contiene, preferentemente está constituida por, desorbente.

60 Ventajosamente, la primera fracción B2 y la segunda fracción B3 contienen una mezcla de EB, MX y OX en proporciones variables de manera que el contenido de EB en los C8A de la primera fracción es superior al de la segunda fracción. Preferentemente, la diferencia de contenido de EB entre la primera y la segunda fracción es superior al 1,0 %, preferentemente superior al 2,0 %, más preferentemente superior al 2,5 %, más preferentemente superior al 3,0 %, y lo más preferentemente superior al 3,5. Ventajosamente, la columna de 3 cortes utilizada en la etapa B tiene un número de platos teóricos comprendido entre 30 y 80, preferentemente entre 35 y 75, más preferentemente entre 40 y 70, muy preferentemente entre 45 y 65.

Según la invención, cuando la segunda fracción de B3 contiene desorbente, dicha fracción se introduce en la etapa B de fraccionamiento en una segunda columna de destilación B-C4, lo que permite obtener una fracción exenta de desorbente B31 que contiene MX y OX, y una fracción B43 compuesta por desorbente.

5 Ventajosamente, cuando el fraccionamiento del refinado se realiza en una única columna de 3 cortes con 60 platos teóricos (implementación ALT0):

- 10 • La posición de alimentación está situada en los platos 30 a 40 numerados a partir del condensador, y preferentemente en el plato 37.
- 15 • La posición de extracción está situada al menos 10 a 25 platos por encima de la alimentación, y preferentemente 18 platos por encima de la alimentación.

15 Ventajosamente, cuando el fraccionamiento del refinado se realiza en una primera columna de 3 cortes seguido de una segunda columna de 2 cortes, cada uno preferentemente con 47 platos teóricos (realización ALT1, ALT2):

- 20 • Las posiciones de alimentación están situadas en los platos 16 a 24 numerados a partir del condensador, y preferentemente entre los platos 18 a 22.
- 25 • La posición de extracción de la columna de 3 cortes está entre 5 y 10 platos por debajo de la posición de alimentación, y preferentemente entre 7 y 8 platos por debajo de la alimentación.
- 30 • Las posiciones de las extracciones y las alimentaciones de las columnas de refinado pueden ajustarse de forma homotética en función del número total de platos instalados en cada una de las columnas de refinado.

25 Preferentemente, la fracción A1 procedente de la etapa A que contiene, y preferentemente está constituida por, una mezcla de PX y desorbente, se introduce en una etapa de fraccionamiento por destilación en una columna de destilación (B-C1) que permite obtener una fracción B1 constituida por PX y una fracción B41 constituida por desorbente. Dicha destilación se lleva a cabo según los conocimientos del experto en la materia.

30 En una realización descriptiva (figura 2b, ALT0), la fracción A2 procedente de la etapa A se introduce en una etapa de fraccionamiento por destilación en una primera columna de destilación de 3 cortes B-C3 que permite obtener una fracción superior B2 que contiene EB, MX y OX, en la extracción lateral una fracción B3 exenta de desorbente que contiene OX, MX, preferentemente constituida por MX y OX, y una cantidad residual de EB, y en la parte inferior una fracción B42 que contiene, preferentemente está constituida por, desorbente.

35 En una realización preferida (figura 2c, ALT 1), dicha columna de 3 cortes B-C3 se utiliza de forma que se obtenga

- 40 • en la parte superior, una primera fracción B2 que contiene, preferentemente está constituida por, EB, OX y MX,
- 45 • en la extracción lateral una segunda fracción B3 que contiene OX, MX, desorbente y una cantidad residual de EB, preferentemente constituida por OX, MX y desorbente, y,
- 50 • en la parte inferior, una tercera fracción B42 preferentemente constituida por desorbente.

55 Dicha fracción B3 se introduce en una segunda columna de destilación de 2 cortes B-C4 que permite obtener una fracción B31 exenta de desorbente que contiene MX y OX, y una fracción B43 constituida por desorbente.

50 Ventajosamente, la realización ALT1 (figura 2c) permite reducir el contenido de xileno en la fracción B2 enriquecida en EB.

55 En la realización ALT2 según la invención, la etapa A permite producir dos fracciones A21 y A22 (figura 3b, ALT 2). Dicha fracción A21 se introduce en la etapa B de fraccionamiento por destilación en una primera columna de destilación de 3 cortes B-C3 que permite obtener

- 60 • en la parte superior una primera fracción B2 que contiene, preferentemente está constituida por, EB, OX y MX,
- 65 • en la extracción lateral una segunda fracción B3 que contiene OX, MX, desorbente y opcionalmente una cantidad residual de EB, preferentemente constituida por OX, MX y desorbente, y
- 70 • en la parte inferior, una tercera fracción B42 preferentemente constituida por desorbente.

En la realización ALT2, dicha segunda fracción B3 procedente de la primera columna utilizada en la etapa B y la fracción A22 de la etapa A se introducen en una segunda columna de destilación B-C4 que permite obtener una fracción B31 que contiene MX, OX, y, opcionalmente, una cantidad residual de EB, preferentemente constituida por OX y MX, y una fracción B43 que comprende, preferentemente está constituida por, desorbente, o la fracción A22 se introduce en la segunda columna, preferentemente de 2 cortes, de refinado B-C4, por debajo del punto de inyección de la fracción B3.

Ventajosamente, en dicha realización ALT2 (figura 3b), la columna de 3 cortes B-C3 recibe únicamente la fracción A21 enriquecida en EB del refinado A2, procedente de la etapa A de separación en BMS, lo que permite reducir aún más el contenido de xileno en la fracción B2 enriquecida en EB en comparación con la realización ALT1.

Ventajosamente, las fracciones desorbentes B41, B42 y B43 exentas de C8A se recuperan de la parte inferior de cada columna de destilación, se reúnen en una fracción B4 y se devuelven a la etapa A de adsorción en lecho móvil simulado.

Cuando el desorbente de dicha etapa A es un compuesto más pesado que los xilenos, es decir, con un punto de ebullición superior al de los xilenos, el refinado enriquecido en EB se produce en la parte superior de la columna de 3 cortes, el refinado enriquecido en xilenos se obtiene en la extracción lateral o, alternativamente, en la parte superior de la segunda columna de destilación.

Cuando el desorbente de dicha etapa de separación es un compuesto más ligero que los xilenos, con un punto de ebullición inferior al de los xilenos, el flujo enriquecido en xilenos se produce en la parte inferior de la columna de 3 cortes, el refinado enriquecido en EB se obtiene en la extracción lateral, o alternativamente en la parte inferior de la segunda columna de destilación, el desorbente exento de C8A se extrae en la parte superior de las dos columnas y se recicla a la etapa de adsorción.

Ventajosamente, las columnas de destilación B-C1, B-C3 y B-C4 utilizadas en la etapa B de fraccionamiento se operan a la presión atmosférica, la temperatura de ebullición está comprendida entre 210 y 250 °C, preferentemente entre 220 y 240 °C, y más preferentemente es de 230 °C, las tasas de reflujo expresadas como la relación de masa de reflujo/materia prima están comprendidas entre 1,0 y 3,0 y preferentemente entre 1,4 y 2,0.

Ventajosamente, el refinado B2 recuperado en la parte superior de la columna B-C3 se obtiene en forma de un destilado líquido extraído de 4 platos situados por debajo del condensador, dicho condensador se encuentra a reflujo total y comprende una bota de decantación para extraer el agua líquida.

Más concretamente, cuando la etapa B utiliza una columna de destilación (B-C3), el rendimiento de la etapa de fraccionamiento del refinado obtenido por destilación (ALTO y ALT1) se caracteriza por:

- la tasa de recuperación (TX) del EB en el refinado B2 enriquecido en EB: $TX(EB) = EB_{(refinado\ B2)} / (EB_{(refinado\ B2)} + EB_{(refinado\ B3)})$
- la tasa de recuperación (TX) de xilenos en el refinado B2 enriquecido en EB: $TX(XYL) = XYL_{(refinado\ B2)} / (XYL_{(refinado\ B2)} + XYL_{(refinado\ B3)})$

Cuando la etapa B utiliza una segunda columna de destilación (B-C4), el rendimiento de la etapa de fraccionamiento del refinado obtenido por destilación (ALT2) se caracteriza por:

- la tasa de recuperación (TX) del EB en el refinado B2 enriquecido en EB: $TX(EB) = EB_{(refinado\ B2)} / (EB_{(refinado\ B2)} + EB_{(refinado\ B31)})$
- la tasa de recuperación (TX) de xilenos en el refinado B2 enriquecido en EB: $TX(XYL) = XYL_{(refinado\ B2)} / (XYL_{(refinado\ B2)} + XYL_{(refinado\ B31)})$

Ventajosamente, en el procedimiento según la invención, la tasa de recuperación de etilbenceno (denominada TX(EB)) se sitúa entre el 50 % y el 90 %, y preferentemente entre el 80 % y el 90 %.

Ventajosamente, en el procedimiento según la invención ATL 0 o ATL 1, cuando las fracciones A1 y A2 se introducen en las etapas de fraccionamiento, la tasa de recuperación de xilenos TX(XYL) presenta una diferencia al menos inferior al 2 %, preferentemente al menos el 5 %, más preferentemente al menos el 10 % y lo más preferentemente al menos el 15 % con respecto a la tasa de recuperación de etilbenceno (TX(EB)). Ventajosamente, cuando las fracciones A1, A21 y A22 se introducen en las etapas de fraccionamiento, la tasa de recuperación de xilenos TX(XYL) presenta una diferencia al menos estrictamente inferior al 20 %, preferentemente de al menos el 23 %.

Según otra realización, la etapa de destilación puede llevarse a cabo con cualquier otra disposición de destilación que incluya una primera columna de destilación de 3 cortes B-C3. Preferentemente, dicha columna de destilación de 3

cortes B-C3 de las variantes ALT0, ALT1 o ALT2 según la invención comprende una pared interna, lo que permite mejorar el rendimiento de separación de los dos refinados B2, B3 exentos de desorbente.

Etapa C de isomerización en fase vapor

5 Ventajosamente, el procedimiento comprende una etapa C de isomerización en fase de vapor del refinado B2 que contiene etilbenceno, ortoxileno y metaxileno procedentes de la etapa B de fraccionamiento.

10 Ventajosamente, la etapa de isomerización en fase de vapor permite isomerizar el OX y el MX, así como el EB, en una unidad que funciona en fase de vapor a alta temperatura y que convierte el etilbenceno en xileno, con el fin de procesar el refinado B2 rico en EB procedente de la etapa B.

15 Preferentemente, la proporción en masa del refinado B2 introducido en la etapa C de isomerización con respecto al refinado total (B2 + B3 o B2 + B31) obtenido de la etapa B está comprendida entre el 20 y el 90 %, preferentemente entre el 25 % y el 60 % y más preferentemente entre el 30 y el 45 %. Ventajosamente, estas proporciones permiten maximizar la producción de paraxileno. Cuando dicha relación es alta, es posible aumentar la producción de PX sin afectar a la capacidad del circuito de xileno, mientras que cuando dicha relación es moderada, la producción de PX aumenta de forma más significativa, pero va acompañada de un ligero aumento de la capacidad del circuito de xileno.

20 Una ventaja del procedimiento según la invención es que conduce a un aumento de la concentración estacionaria de EB en el circuito de xileno, lo que permite un aumento de la conversión a EB por pase a través de la primera unidad de isomerización en fase de vapor.

25 Así, la combinación de una etapa de separación por adsorción en SMB con una etapa B de fraccionamiento por destilación en columna de 3 cortes y dos etapas de isomerización permite mejorar el rendimiento global de paraxileno del circuito aromático y minimizar el impacto económico.

30 Según la invención, la etapa de isomerización en fase de vapor permite convertir el EB en xileno con una tasa de conversión por pase de etilbenceno comprendida generalmente entre el 10 % y el 50 %, preferentemente comprendida entre el 20 y el 40 %, con una pérdida de aromáticos C8 (C8A) inferior al 5,0 % en peso, preferentemente inferior al 3,0 % en peso y preferentemente inferior al 1,8 % en peso

35 La etapa de isomerización en fase de vapor se lleva a cabo a una temperatura superior a 300 °C, preferentemente comprendida entre 350° y 480 °C, a una presión inferior a 4,0 MPa, preferentemente comprendida entre 0,5 y 2,0 MPa, a una velocidad espacial inferior a 10,0 h⁻¹, preferentemente comprendida entre 0,5 h⁻¹ y 6,0 h⁻¹, con una relación molar de hidrógeno/hidrocarburo inferior a 10,0, preferentemente comprendida entre 3,0 y 6,0, y en presencia de un catalizador que comprenda al menos una zeolita con canales cuya abertura esté definida por un anillo con 10 o 12 átomos de oxígeno (10 MR o 12 MR), y al menos un metal del grupo VIII con un contenido comprendido entre el 0,1 y el 0,3 % en peso.

40 40 Todos los catalizadores capaces de isomerizar hidrocarburos de 8 átomos de carbono, sean zeolíticos o no, son adecuados para la unidad de isomerización en fase de vapor. Preferentemente, el catalizador utilizado comprende una zeolita ácida, por ejemplo, de tipo estructural MFI, MOR, MAZ, FAU y/o EUO. Aún más preferentemente, el catalizador utilizado comprende una zeolita del tipo estructural EUO y al menos un metal del grupo VIII de la tabla periódica.

45 45 Según una variante preferida del procedimiento, el catalizador utilizado en la etapa C comprende del 1 % al 70 % en peso de una zeolita de tipo estructural EUO, preferentemente EU-1, que comprende silicio y al menos un elemento T elegido preferentemente entre aluminio y boro, cuya relación Si/T está comprendida entre 5 y 100.

50 50 Preferentemente, la zeolita está al menos en parte en forma de hidrógeno, y el contenido de sodio es tal que la relación atómica Na/T es inferior a 0,1.

55 55 Preferentemente, el catalizador comprende entre el 0,01 y el 2 % en peso de estaño o indio, y azufre en una proporción de 0,5 a 2 átomos por átomo de metal del grupo VIII.

60 60 El efluente C1 obtenido en la etapa C, con unas concentraciones de isómeros PX, OX y MX próximas a las concentraciones del equilibrio termodinámico, se recicla a la etapa A de adsorción en lecho móvil simulado.

65 65 En una realización particular, cuando el efluente C1 contiene compuestos pesados y ligeros formados por reacciones indeseables, dicho efluente se introduce entonces en una etapa opcional de fraccionamiento para eliminar dichos compuestos.

Etapa D de isomerización en fase líquida

65 Ventajosamente, el procedimiento comprende una etapa D de isomerización en fase líquida de la fracción B3 o de la fracción B31 que contiene ortoxileno y metaxileno procedentes de la etapa B de fraccionamiento.

El procedimiento según la invención permite así aumentar la proporción de isomerización de xilenos llevada a cabo por el catalizador que funciona en fase líquida y que conduce a las menores pérdidas de C8A. La etapa D de isomerización de xilenos se lleva a cabo en fase líquida con una tasa de conversión de EB por pase inferior o igual al 5,0 %, preferentemente inferior o igual al 3,0 %, y más preferentemente inferior o igual al 0,2 %, y permite isomerizar la mezcla de xilenos de manera que el PX tenga una aproximación al equilibrio termodinámico superior o igual al 90,0 %, y preferentemente superior o igual al 94,0 %.

La etapa D de isomerización en fase líquida se realiza a una temperatura inferior a 300 °C, preferentemente comprendida entre 200 y 260 °C, a una presión inferior a 4,0 MPa, preferentemente comprendida entre 1,0 y 3,0 MPa, a una velocidad espacial inferior a 5,0 h⁻¹ y preferentemente comprendida entre 2,0 y 4,0 h⁻¹, y en presencia de un catalizador que comprenda al menos una zeolita con canales cuya abertura esté definida por un anillo con 10 o 12 átomos de oxígeno (10 MR o 12 MR), preferentemente un catalizador que comprenda al menos una zeolita con canales cuya abertura esté definida por un anillo con 10 átomos de oxígeno (10 MR), y aún más preferentemente un catalizador que comprenda una zeolita del tipo ZSM-5.

La patente US 8697929 describe con más precisión las condiciones operativas así como los catalizadores de isomerización en fase de vapor y en fase líquida que pueden utilizarse en el procedimiento según la invención.

Ventajosamente, el efluente D1 obtenido en la etapa D, con unas concentraciones de isómeros PX, OX y MX próximas a las concentraciones del equilibrio termodinámico, se recicla a la etapa A de adsorción en lecho móvil simulado.

En una realización particular, cuando el efluente D1 contiene compuestos pesados y ligeros formados por reacciones indeseables, dicho efluente se introduce entonces en una etapa opcional de fraccionamiento para eliminar dichos compuestos.

EJEMPLOS

Los siguientes ejemplos 2, 4-5 ilustran la invención sin limitar su alcance.

Ejemplo 1 (Referencia):

Este ejemplo muestra la ventaja de la invención comparando el rendimiento de la etapa de destilación B según la técnica anterior en la figura 2a), con el procedimiento no incluido en la invención en las figuras 2b) y 2c) respectivamente en sus modos de realización indicados como ALT0 y ALT1.

En este ejemplo se consideran 545 t/h de un corte C8 (2) procedente de una columna de xileno y que comprende C8 aromáticos (C8A) procedentes de un reformado, de una unidad de transalquilación y de una o varias unidades de isomerización, su composición está en % en peso:

C8-	0,4 %
EB	4,1 %
PX	23,0 %
MX	50,1 %
OX	22,3 %
C9+	0,1 %

Los C8- corresponden a los compuestos que comprenden menos de 8 átomos de carbono.

- Etapa A de separación en lecho móvil simulado (SMB)

El corte C8A se introduce en una unidad A de adsorción en lecho móvil simulado que comprende 4 zonas delimitadas por inyecciones de materia prima y desorbente (B4) y extracciones de refinado (A2) y extracto (A1). La etapa de separación se lleva a cabo en una unidad de adsorción en lecho simulado que consta de 15 lechos que contienen zeolita X tratada con bario distribuidos de la siguiente manera:

- 3 lechos en la zona 1, comprendida entre la inyección del desorbente B4 y la extracción del extracto A1.
- 6 lechos en la zona 2, comprendida entre la extracción del extracto A1 y la inyección de materia prima
- 4 lechos en la zona 3, comprendida entre la inyección de materia prima y la extracción del refinado A2

- 2 lechos en la zona 4, comprendida entre la extracción del refinado A2 y la inyección del desorbente B4

La temperatura es de 175 °C. Se utilizó paradietilbenceno como desorbente, y la tasa de desorbente con respecto a la materia prima es de 1,2 (vol/vol).

De este modo, la realización de la etapa A de separación por adsorción permite producir 2 fracciones A1 y A2 que se introducen en la etapa B de destilación:

- Una fracción A1, que contiene al menos el 97,0 % del PX de la materia prima y parte del desorbente, se envía a una etapa de destilación en una columna de extracción B-C1 para recuperar el PX puro en la parte superior (flujo B1) y el adsorbente en la parte inferior (flujo B41).
- 829 t/h de refinado A2 empobrecido en PX, con 407 t/h de desorbente

• **Realización de la etapa B de fraccionamiento por destilación según la técnica anterior (figura 2a)**

En esta realización, el refinado (A2) se introduce en el plato teórico 24 de la columna de destilación (B-C2) que contiene 47 platos teóricos, un condensador y un ebullidor, que funciona a 0,2 MPa con una tasa de reflujo de 1,3. Dicha columna permite producir 2 flujos:

- 422 t/h de refinado en la parte superior (B6) exento de desorbente y
- 407 t/h de desorbente (B42) en la parte inferior exento de C8A y devuelto a la etapa A, tras una etapa de intercambio de calor a la temperatura necesaria para la adsorción.

El refinado (B6) se divide en 2 flujos. El 90,0 % del refinado (B6) exento de desorbente, denominado (B2), se introduce en la primera etapa de isomerización (C), y el 10 % del refinado residual (B6) denominado (B3) se introduce en la segunda etapa de isomerización (D).

Dicho fraccionamiento del refinado (A2) en la columna de destilación requiere 86,6 Gcal/h de energía de ebullición.

• **Realización de la etapa B de fraccionamiento por destilación según la invención**

En una primera realización (figura 2b, ALT0) según la invención, el refinado (A2) se somete a una etapa B de separación. Dicho refinado se introduce en el plato teórico 37 de la columna de destilación de 3 cortes (B-C3) que contiene 60 platos teóricos, un condensador y un ebullidor, que funciona a 0,2 MPa con una tasa de reflujo de 1,9. Dicha columna permite producir 3 flujos:

- 367 t/h de un refinado en la parte superior (B2) que contiene un 90,0 % de etilbenceno y un 87,0 % de una mezcla de OX y MX contenida en el refinado A2.
- 54 t/h de un refinado (B3) obtenido por extracción lateral en el plato teórico 19 exenta de desorbente y
- 407 t/h de desorbente (B42) en la parte inferior exento de C8A y devuelto a la etapa A, tras una etapa de intercambio de calor a la temperatura necesaria para la adsorción.

Dicho fraccionamiento del refinado (A2) en la columna de destilación de 3 cortes requiere 86 Gcal/h de energía de ebullición.

En una segunda realización preferida (figura 2c, ALT1) según la invención, el refinado (A2) se somete a una etapa B de separación. Dicho refinado se introduce en el plato teórico 22 de la columna de destilación de 3 cortes (B-C3) que contiene 47 platos teóricos, un condensador y un ebullidor, que funciona a 0,2 MPa con una tasa de reflujo de 1,47. Esta columna permite producir 3 flujos:

- 348 t/h de refinado en la parte superior (B2) que contiene un 90,0 % del etilbenceno contenido en el refinado total (B2+B31), y un 82,0 % de los xilenos contenidos en el refinado total (B2+B31).
- 202 t/h de un refinado (B3) obtenido por extracción lateral en el plato teórico 30 y
- 278 t/h de desorbente (B42) en la parte inferior exento de C8A y devuelto a la etapa A, tras una etapa de intercambio de calor a la temperatura necesaria para la adsorción.

El refinado (B3) que contiene desorbente se introduce en el plato 22 de la segunda columna de destilación (B-C4) que contiene 47 platos teóricos, un condensador y un ebullidor, que funciona a 0,2 MPa y con una tasa de reflujo del 2,1 %,

lo que permite recuperar 73 t/h de un refinado B31 constituido por MX,OX, empobrecido en PX y con un contenido de EB del 3,0 % en peso y, finalmente, 129 t/h de un producto en la parte inferior (B43) que contiene desorbente exento de C8A y que se devuelve a la etapa A, tras una etapa de intercambio térmico a la temperatura necesaria para la adsorción. El refinado B31 se introduce en la etapa D de isomerización, que opera en fase líquida. El fraccionamiento del refinado según este proceso ALT1 requiere 86,1 Gcal/h de energía de ebullición.

Al final de la etapa de fraccionamiento del refinado A2 en estas diferentes realizaciones según la invención, el refinado B2 rico en EB se introduce en la etapa C de isomerización, y el refinado B31 se introduce en la etapa D de isomerización.

A continuación se resumen los rendimientos de la etapa de separación del refinado según la técnica anterior FIG 2a), o según la invención FIG2b) y FIG2c):

	Técnica anterior	Según la invención ALT0	Según la invención ALT1
	Figura 2a)	Figura 2b)	Figura 2c)
TX(EB)	90,0 %	90,0 %	90,0 %
TX(XYL)	90,0 %	87,0 %	82,2 %
Qreb total (Gcal/h)	86,6	86,0	86,1
N.º de platos-Col B-C2	47	-	-
N.º de platos-Col B-C3 (3 cortes)	-	60	47
N.º de platos-Col B-C4	-	-	47

Este ejemplo ilustra la ventaja de la solicitud cuando la etapa de adsorción produce un refinado. Para una misma tasa de recuperación de EB del 90,0 % en el refinado B2, permite reducir la tasa de recuperación asociada de xilenos en 3 puntos u 8 puntos según la puesta en práctica de la invención. En comparación con la técnica anterior, en la que las tasas de recuperación son idénticas, este enriquecimiento permite aumentar la proporción de refinado alimentando la unidad de isomerización en fase líquida con pérdidas moderadas de C8A y reducir la alimentada a la unidad de isomerización en fase gaseosa con pérdidas más elevadas de C8A. Como resultado, aumenta el rendimiento de PX del complejo aromático, como se ilustra en el ejemplo 3.

Este enriquecimiento requiere el uso de al menos una primera columna de destilación de 3 cortes, sin ningún impacto sobre la energía necesaria para el ebullición de la etapa B de fraccionamiento, ni sobre la configuración o el funcionamiento de la etapa A de adsorción

Con respecto a la técnica anterior, es posible aumentar el rendimiento de PX del complejo aromático, como se ilustra en el ejemplo 3.

30 Ejemplo 2:

Este ejemplo muestra la ventaja de la invención comparando el rendimiento de la etapa de destilación B según la técnica anterior (figura 3a)) con el procedimiento según la invención (figura 3b)) en una realización denominada ALT2.

35 • Etapa A de separación en lecho móvil simulado (SMB)

En este ejemplo se consideran 545 t/h de un corte C8 (2) procedente de una columna de xileno y que comprende C8 aromáticos procedentes de un reformado, de una unidad de transalquilación y de una o varias unidades de isomerización. La composición de dicho corte se indica en % en peso:

C8-	0,4 %
EB	4,1 %
PX	23,0 %
MX	50,1 %
OX	22,3 %
C9+	0,1 %

Los C8- corresponden a los compuestos que comprenden menos de 8 átomos de carbono.

Este corte C8A se introduce en una unidad A de adsorción en lecho móvil simulado que comprende 5 zonas delimitadas por inyecciones de materia prima y desorbente (B4) y extracciones de refinado (A21, A22) y extracto (A1). Dicha unidad

de adsorción en lecho simulado consta de 18 lechos que contienen zeolita X tratada con bario distribuidos de la siguiente manera:

- 5 ◦ 3 lechos en la zona 1, comprendida entre la inyección del desorbente (B4) y la extracción del extracto (A1).
- 10 ◦ 6 lechos en la zona 2, comprendida entre la extracción del extracto (A1) y la inyección de materia prima,
- 15 ◦ 4 lechos en la zona 3A, comprendida entre la inyección de la materia prima y la extracción del refinado (A21),
- 20 ◦ 3 lechos en la zona 3B, comprendida entre la extracción de refinado (A21) y la extracción de refinado (A22),
- 25 ◦ 2 lechos en la zona 4, comprendida entre la extracción de refinado (A22) y la inyección de desorbente (B4)

15 La temperatura es de 175 °C, se utilizó paradietilbenceno como desorbente, y la tasa de desorbente con respecto a la materia prima es de 1,2 (vol/vol).

Así, la realización de una etapa A de separación en SMB permite obtener 3 flujos (A1), (A21) y (A22) que se introducen en la etapa B de destilación. Los tres flujos presentan las siguientes características:

- 20 • Un extracto (A1) que contiene al menos un 97,0 % del paraxileno PX en la materia prima y parte del desorbente, que se introduce en una columna de extracción para recuperar el PX puro en la parte superior y el desorbente en la parte inferior.
- 25 • 508 t/h de un primer refinado (A21) empobrecido en PX y rico en etilbenceno que contiene un 98,0 % de EB del etilbenceno contenido en el refinado total B2+B31 y un 78,0 % de los xilenos contenidos en el refinado total B2+B31
- 30 • 320 t/h de un segundo refinado (A22) empobrecido en PX, que contiene esencialmente una mezcla de MX y OX, con un contenido de EB del 0,5 % en el corte A8, y otra parte del desorbente.

• **Realización de la etapa B de fraccionamiento por destilación según la técnica anterior (figura 3a)**

35 En esta realización, el primer refinado (A21) que contiene desorbente se introduce en el plato teórico 27 de la columna de destilación (B-C2) que contiene 47 platos teóricos, un condensador y un ebullidor, que funciona a 0,2 MPa con una tasa de reflujo de 1,1. El primer refinado exento de desorbente (B2) se recupera en la parte superior y se envía a la primera etapa de isomerización que opera en fase de vapor. El segundo refinado que contiene desorbente (A22) se introduce en una etapa B de separación. Dicho refinado se introduce en el plato teórico 21 de la columna de (B-C4) que contiene 47 platos teóricos, un condensador y un ebullidor, que funciona a 0,2 MPa y con una tasa de reflujo de 2,7. El segundo refinado exento de desorbente (B31) se recupera en el destilado y se envía a la etapa D de isomerización que opera en fase de vapor. Los dos flujos de desorbente B42 y B43 exentos de C8A procedentes de la parte inferior de las dos columnas de refinado (B-C2 y B-C4) se mezclan y se devuelven a la etapa de separación en lecho móvil simulado, tras una etapa de intercambio de calor a la temperatura necesaria para la adsorción.

45 La etapa B de fraccionamiento de los dos refinados (A21) y (A22) producidos por el lecho móvil simulado requiere 81,2 Gcal/h de energía de ebullición.

• **Realización de la etapa B de fraccionamiento por destilación según la invención (figura 3b, ALT2)**

50 En una realización (ALT2) según la invención, el primer refinado (A21) que contiene desorbente se introduce en el plato teórico 20 en la columna de destilación de 3 cortes (B-C3) que contiene 47 platos teóricos, un condensador y un ebullidor, que funciona a 0,2 MPa con una tasa de reflujo de 1,38. Dicha columna permite producir 3 flujos:

- 55 • 284 t/h de un primer refinado (B2) de la parte superior que contiene un 90,1 % del etilbenceno contenido en el refinado total B2+B31,
- 60 • 73,6 t/h de un segundo corte (B3) extraído en fase líquida del plato teórico 27, que contiene el etilbenceno residual y un 12 % de los xilenos del refinado total B2+B31 con desorbente, y
- 65 • 150,6 t/h de un producto de la parte inferior B42 que contiene desorbente exento de compuestos C8A.

El refinado (B3) que contiene desorbente se introduce en el plato 18 de una segunda columna de destilación (B-C4) que contiene 47 platos teóricos, un condensador y un ebullidor, y que funciona a 0,2 MPa y con una tasa de reflujo de 2,1.

El segundo refinado (A22) procedente de la etapa A de separación en lecho móvil simulado se introduce en la etapa B de destilación. Este refinado (A22) se introduce en el plato 24 de esta columna de destilación (B-C4). En la parte superior se recuperan 137 t/h de un refinado (B31). Dicho refinado (B31) está exento de desorbente y constituido por MX, OX, empobrecido en PX y con un contenido de EB del 1,6 % en peso. El refinado (B31) se introduce en la etapa

5 D de isomerización, que opera en fase líquida. Los dos flujos de desorbente B42 y B43 procedentes de las dos columnas de refinado (B-C3 y B-C4) se mezclan y se devuelven al lecho móvil simulado, tras un intercambio de calor a la temperatura necesaria para la adsorción.

10 El fraccionamiento de los dos refinados (A21) y (A22) requiere 84,5 Gcal/h de energía de ebullición. A continuación se resumen los rendimientos de la etapa B de separación del refinado según la técnica anterior (figura 3a) o según la invención (figura 3b):

	Técnica anterior figura 3a)	Invención ALT2 figura 3b)
TX(EB)	98,0 %	90,2 %
TX(XYL)	78,0 %	66,1 %
Qreb total (Gcal/h)	81,2	84,5
N.º de platos-col ref B-C2	47	-
N.º de platos-col ref B-C3 (3 cortes)	-	47
N.º de platos-col ref 2 B-C4	47	47

15 Este ejemplo ilustra la ventaja de la invención cuando la etapa A de adsorción produce 2 refinados. Al combinar una etapa de destilación y otra de adsorción, consigue una separación EB/XYL mejor que la descrita en la técnica anterior, pero sin que ello repercuta en el número de equipos ni en la energía necesaria para la ebullición

20 La etapa B de separación según la invención requiere el uso de una primera columna de destilación de 3 cortes acoplada a una segunda columna de destilación.

25 Con respecto a la técnica anterior, es posible aumentar el rendimiento de PX del complejo aromático, como se ilustra en el ejemplo 4.

Ejemplo 3 (Referencia):

25 Este ejemplo muestra la ventaja de la solicitud detallando el rendimiento de un circuito de xileno representado en la figura 1 que comprende

- una etapa A de adsorción que produce únicamente 1 refinado A2,
- una etapa B de fraccionamiento del refinado, y
- dos etapas de isomerización C y D.

35 Para comprender bien la ventaja de la invención, la etapa B de separación se lleva a cabo según la técnica anterior o según las versiones ALT0 y ALT1 como las descritas en el ejemplo 1.

40 La tasa de recuperación de EB, denominada TX(EB), se fija en el 90,0 % y las tasas de recuperación de xilenos, denominadas TX(XYL), varían entre el 90,0 %, el 87,0 % y el 82,0 %.

45 Dicho circuito de xilenos está alimentado por un flujo de 100 t/h de un corte C8+ (flujo 1, figura 1) procedente de un reformado que contiene 68 t/h de corte C8A, cuya composición en masa se indica a continuación:

EB	16,7 %
PX	18,0 %
MX	41,0 %
OX	24,3 %

45 Dicho corte C8A (flujo 1, figura 1) se introduce, con los reciclados de los efluentes (C1, D1) de las dos etapas C y D de isomerización, en el plato teórico 15 de la columna de xilenos que contiene 72 platos, que funciona con una tasa

de reflujo de 1,8, lo que permite recuperar en la parte superior el 99,8 % de los C8A en el destilado y eliminar los C9 + de la materia prima (flujo 2, figura 1) de la unidad de separación del PX en lecho móvil simulado.

Dicho corte C8A se introduce en una etapa A de separación en lecho móvil simulado que produce un extracto A1 rico en PX y desorbente y un refinado A2 empobrecido en PX y que contiene desorbente. El extracto A1 y el refinado A2 se introducen en una etapa B de fraccionamiento como la descrita en el ejemplo 1, que comprende varias columnas de destilación. Esto permite reciclar el desorbente a la etapa A de adsorción, producir PX con una pureza del 99,8 % y dos refinados, uno enriquecido en EB (B2) y otro empobrecido en EB (B3 o B31), tales como los descritos en el ejemplo 1 e ilustrados en las figuras 2a, 2b y 2c.

El refinado (B2), mezclado con un reciclado de hidrógeno, se introduce en la unidad de conversión de etilbenceno en la primera etapa C de isomerización, que actúa en las siguientes condiciones: Presión: 0,9 MPa, Temperatura: 376 °C, relación H₂/HC = 4,1 Catalizador: contiene platino y zeolita EU-1, velocidad espacial: 5 h⁻¹.

En estas condiciones, la conversión del EB es del 28,9 % (técnica anterior); del 29,3 % (según la versión de la invención ALT0); del 29,9 % (según la versión de la invención ALT1), las pérdidas de C8A son del 1,8 % en peso, y la aproximación al equilibrio del PX es del 92,0 % y la del OX del 87,0 %

A la salida del reactor, un tren de separación permite producir un gas que contiene principalmente hidrógeno (C2), tolueno y una fracción parafínica y nafténica devuelta a la entrada del reactor. La parte más pesada del efluente (C1) se recicla a la entrada de la columna de xilenos (figura 1).

El refinado B3 se introduce en la unidad de isomerización de xilenos en la segunda etapa D de isomerización, que actúa en las siguientes condiciones: temperatura 240 °C, presión 1,8 MPa, velocidad espacial 2,5 h⁻¹, con un catalizador que contiene una zeolita de tipo ZSM-5.

En estas condiciones, la conversión del EB es del 3,4 %, y la aproximación al equilibrio del PX es del 94,5 %.

El efluente de la sección de reacción (D1) se recicla a la columna de xilenos (figura 1).

El balance de materia del circuito de xilenos así descrito se resume en la siguiente tabla:

	Técnica anterior 1	Invención ALT0	Invención ALT1
número de unidades de isomerización	2	2	2
número de efluentes de la unidad de adsorción	2	2	2
Fraccionamiento del refinado con una columna de destilación	2 cortes	3 cortes	3 cortes + 1 columna lateral
Rendimiento de la etapa B de fraccionamiento TX(EB)	0,90	0,90	0,90
TX(XYL)	0,90	0,87	0,82
Capacidad de las unidades (kta)			
Etapa A	2917	2912	2904
Etapa C	2142	2080	1981
Etapa D	237	294	383
caudal total de refinado sin desorbente	2379	2373	2364
fracción de refinado introducida en la primera etapa de isomerización (C)	90,0 %	87,6 %	83,8 %
Tamices y catalizadores (t)			
cantidad de tamices de adsorción (Etapa A)	476,0	475,7	475,2
cantidad de catalizador (Etapa C)	51	50	47
cantidad de catalizador (Etapa D)	11	14	18
Producción			
PX producido (kt/y)	527,7	528,5	529,9
Delta Gain producido (millones de \$/y)	0	1,27	3,29

En este ejemplo se ilustra un aumento de la productividad de un circuito de xilenos que contiene 2 isomerizaciones, con un lecho móvil simulado que produce 2 efluentes utilizando una primera columna de destilación de 3 cortes en la etapa B de fraccionamiento.

5 El consumo energético de la etapa B de fraccionamiento no se ve afectado. La ganancia en la producción de PX, estimada sobre la base de un precio medio del PX de 1500 \$/t (\$/tonelada) es de 1,3 millones de \$/año (millones de dólares/año) para la versión ALT0 y de 3,3 millones de \$/año para la versión ALT1, y justifica la inversión marginal asociada a las modificaciones de la etapa B de fraccionamiento.

10 **Ejemplo 4:**

Este ejemplo muestra la ventaja de la invención detallando el funcionamiento de un circuito de xilenos representado en la figura 1 que comprende una etapa A de adsorción que produce 2 refinados A21 y A22, una etapa B de fraccionamiento del refinado y dos etapas C y D de isomerización. Para ilustrar la ventaja de la invención, la etapa B de separación se realiza según la técnica anterior o según la versión ALT2 descrita en el ejemplo 2. Así, las tasas de recuperación de EB TX(EB) y xilenos TX(XYL) obtenidas mediante el procedimiento según la técnica anterior son del 98,0 y el 78,0 %, respectivamente, mientras que las tasas de recuperación según la versión ALT2 del procedimiento según la invención son del 90,0 % y el 66, %, respectivamente.

20 El circuito de xilenos se alimenta con 100 t/h de un corte C8+ (flujo 1, figura 1) procedente de un reformado que contiene 68 t/h de corte C8A, cuya composición en masa se indica a continuación:

EB 16,7 %
PX 18,0 %
MX 41,0 %
OX 24,3 %

25 Dicho corte de C8A (flujo 1, figura 1) se introduce, con los reciclados de los efluentes de las dos etapas de isomerización, en el plato teórico 15 de la columna de xilenos que contiene 72 platos, que funciona con una tasa de reflujo de 1,8, lo que permite recuperar el 99,8 % de los C8 aromáticos (C8A) en el destilado y eliminar los C9+ de la materia prima (flujo 2, figura 1) de la unidad de separación del PX en lecho móvil simulado. Dicho corte C8A se introduce en un lecho móvil simulado que produce un extracto A1 rico en PX y en desorbente, y dos refinados A21 y A22 empobrecidos en PX y que contienen desorbente.

30 30 El extracto y el refinado se introducen en una etapa B de separación, descrita en el ejemplo 1, que comprende varias columnas de fraccionamiento. El desorbente (B4) así separado se recicla a la etapa A de adsorción. La etapa B permite producir paraxileno con una pureza del 99,8 %, y dos refinados enriquecidos en EB (B2) o empobrecidos en EB (B3 o B31) como se describe en el ejemplo 2 y se ilustra en las figuras 3a y 3b.

35 35 El refinado B2, mezclado con un reciclado de hidrógeno, se introduce en la unidad de conversión de etilbenceno en la primera etapa C de isomerización, que actúa en las siguientes condiciones: Presión: 0,9 MPa, Temperatura: 376 °C, relación H2/HC = 4:1 Catalizador: contiene platino y zeolita EU-1, velocidad espacial: 5 h-1.

40 40 En estas condiciones, la conversión del EB es del 30,6 % (técnica anterior); del 32,1 % (según la versión de la invención ALT2), y las pérdidas de C8A son del 1,8 % en peso, y la aproximación al equilibrio del PX es del 92 % y la del OX del 87 %

45 45 A la salida del reactor, un tren de separación permite producir un gas que contiene principalmente hidrógeno C2, tolueno y una fracción parafínica y nafténica devuelta a la entrada del reactor. La parte más pesada del isomerato (C1) se recicla a la entrada de la columna de xilenos.

50 50 El refinado B31 se introduce en la unidad de isomerización de xilenos en la segunda etapa D de isomerización, que actúa en las siguientes condiciones: temperatura 240 °C, presión 1,8 MPa, velocidad espacial 2,5 h-1, con un catalizador que contiene una zeolita de tipo ZSM-5.

En estas condiciones, la conversión del EB es de 3,4, y la aproximación al equilibrio del PX es del 94,5 %. El efluente de la sección de reacción (D1) se recicla a la columna de xileno.

55 55 El balance de materia del circuito de xilenos se resume en la siguiente tabla:

	Técnica anterior 2	Invención ALT2
número de unidades de isomerización	2	2

	Técnica anterior 2	Invención ALT2
número de efluentes de la unidad de adsorción	3	3
Fraccionamiento del refinado	por adsorción + 2 columnas de refinado	por adsorción + 1 col de refinado de 3 cortes + 1 columna lateral
Rendimiento de la etapa B de fraccionamiento		
TX(EB)	0,98	0,90
TX(XYL)	0,78	0,66

Capacidad de las unidades (kta)

Etapa A	2866	2878
Etapa C	1897	1662
Etapa D	428	672
Caudal total de refinado sin desorbente	2325	2334
fracción de refinado introducida en la primera etapa de isomerización C	81,6 %	71,2 %

5 Tamices y catalizadores (t)

cantidad de tamices de adsorción (Etapa A)	565,1	567,8
cantidad de catalizador (Etapa C)	45	40
cantidad de catalizador (Etapa D)	20	32

Producción

PX producido (kt/y)	531,9	534,2
Delta Gain producido (millones de \$/y)	0	3,4

10 Estos resultados ilustran claramente que el procedimiento según la invención permite aumentar el rendimiento de paraxileno de un circuito de xileno mediante un lecho móvil simulado que produce 3 efluentes, utilizando una primera columna de destilación de 3 cortes en la etapa B de separación, como se describe en el ejemplo 1. Ventajosamente, esta aplicación particular del procedimiento según la invención no tiene ninguna repercusión en el número de equipos ni en el gasto energético.

15 La ganancia estimada sobre la base de un precio medio del PX de 1500 \$/t es de 3,4 millones de \$/y.

Ejemplo 5:

20 En una versión particular denominada ALT3, el procedimiento se lleva a cabo utilizando el mismo equipo y con la misma configuración del circuito de xilenos que para la versión ALT2 del ejemplo 4 (figura 3b). Este ejemplo ilustra la ventaja de la invención cuando se desea obtener rendimientos de PX muy elevados a partir de la misma materia prima, con un aumento marginal del catalizador de isomerización y del tamiz.

25 Los parámetros operativos de la etapa A de adsorción son idénticos a los del ejemplo 4, sin embargo, los parámetros operativos de la etapa B de fraccionamiento del refinado se modifican de manera que el caudal de refinado B2 rico en EB procedente de la primera columna de destilación B-C3 se reduce en favor del caudal de extracción lateral B3 que alimenta la segunda columna de destilación B-C4, así como su caudal de destilado resultante (B31).

30 En esta realización, el nuevo rendimiento de la etapa B de fraccionamiento es tal que TX(EB) = 60 % y TX(XYL) = 38 %. A continuación, este refinado B2 se introduce en la fase C de isomerización. Esto permite aumentar la proporción de isomerización de los xilenos utilizando el catalizador con menores pérdidas de C8A y, en última instancia, aumentar el rendimiento de PX.

35 Como la conversión por pase de EB en la etapa D de isomerización es baja, la tasa de reciclado de EB aumenta, lo que tiene como efecto el incremento de su concentración estacionaria. Como resultado, la conversión por pase de EB

en la primera isomerización en fase de vapor, regida por el equilibrio termodinámico, también aumenta, alcanzando el 36,5 %.

5 Ventajosamente, la combinación de las dos etapas de isomerización según la invención permite alcanzar una elevada producción de PX, únicamente con un ligero aumento de la capacidad.

El balance de materia del circuito de xilenos así descrito se resume en la siguiente tabla:

	Técnica anterior 2	Invención ALT3
número de unidades de isomerización	2	2
número de efluentes de la unidad de adsorción	3	3
Fraccionamiento del refinado	por adsorción + 2 columnas de refinado	por adsorción + 1 col de refinado de 3 cortes + 1 columna lateral
Rendimiento de la etapa B de fraccionamiento		
TX(EB)	0,98	0,60
TX(XYL)	0,78	0,38

10 **Capacidad de las unidades (kta)**

Etapa A	2866	2969
Etapa C	1897	1063
Etapa D	428	1357
caudal total de refinado sin desorbente	2325	2419
fracción de refinado introducida en la primera etapa de isomerización C	81,6 %	43,9 %

Tamices y catalizadores (t)

cantidad de tamices de adsorción (Etapa A)	565,1	586
cantidad de catalizador (Etapa C)	45	25
cantidad de catalizador (Etapa D)	20	64

15

Producción

PX producido (kt/y)	531,9	537,9
Delta Gain producido (millones de \$/y)	,0	9,0

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para producir paraxileno a partir de una materia prima que contiene xilenos, etilbenceno e hidrocarburos C9+, que comprende

5 - una única etapa A de separación en lecho móvil simulado de dicha materia prima utilizando una zeolita como adsorbente y un desorbente, a una temperatura comprendida entre 20 y 250 °C, bajo una presión comprendida entre 1,0 y 2,2 MPa, y con una relación de volumen entre el desorbente y la materia prima en la unidad de separación en

10 lecho móvil simulado comprendida entre 0,4 y 2,5; dicha etapa A permite obtener

- una primera fracción (A1) que contiene una mezcla de paraxileno y desorbente, y
- al menos una segunda fracción (A2 o A21) que contiene etilbenceno (EB), ortoxileno (OX) y metaxileno (MX) y desorbente,

15 - una etapa B de fraccionamiento por destilación en al menos una primera columna de destilación (B_C3) de dicha segunda fracción procedente de la etapa A, que permite obtener 3 fracciones:

- una primera fracción (B2) que contiene EB, OX y MX,
- 20 ▪ una segunda fracción (B3) que contiene OX y MX, y
- una tercera fracción (B42) que contiene desorbente,

en el que

25 la etapa A de separación permite obtener una tercera fracción A22 empobrecida en EB que contiene una mezcla de MX, OX y desorbente, enviándose dichas fracciones A21 y A22 a dicha etapa B de fraccionamiento, la tercera fracción (A22) procedente de la etapa A se introduce en una segunda columna de destilación (B-C4) para obtener una fracción exenta de desorbente (B31) que contiene MX y OX, y una fracción B43 compuesta por desorbente,

30 la segunda fracción de (B3) se introduce en la etapa B de fraccionamiento en una segunda columna de destilación (B-C4), que permite obtener una fracción (B31) exenta de desorbente que contiene MX y OX, y una fracción B43 compuesta por desorbente,

35 la tercera fracción (A22) procedente de la etapa A se introduce en la segunda columna de destilación (B-C4) por debajo del punto de inyección lateral de la segunda fracción (B3) procedente de la primera columna de destilación (B-C3).

3. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la primera fracción (B2) de la etapa B presenta un contenido de EB superior al contenido de EB de la segunda fracción (B3) procedente de la primera columna (B_C3) utilizada en la etapa B.

4. Procedimiento según la reivindicación 2 en el que el contenido de EB de la primera fracción es al menos un 1,0 % superior con respecto al de la segunda fracción.

5. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la columna de destilación utilizada en la etapa B comprende entre 30 y 80 platos teóricos.

6. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que la etapa de destilación B utiliza una columna que comprende una pared interna.

7. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende una etapa C de isomerización en fase de vapor de la primera fracción (B2) procedente de una etapa de fraccionamiento que contiene EB, OX y MX.

8. Procedimiento según la reivindicación 6, en el que la etapa C de isomerización en fase de vapor se lleva a cabo a una temperatura superior a 300 °C, a una presión inferior a 4,0 MPa, a una velocidad espacial inferior a 10,0 h⁻¹, con una relación molar de hidrógeno/hidrocarburo inferior a 10,0, y en presencia de un catalizador que comprenda al menos una zeolita con canales cuya abertura esté definida por un anillo con 10 o 12 átomos de oxígeno (10 MR o 12 MR), y al menos un metal del grupo VIII con un contenido comprendido entre el 0,1 y el 0,3 % en peso.

9. Procedimiento según la reivindicación 8, en el que el catalizador utilizado en la etapa C comprende del 1 al 70 % en peso de una zeolita del tipo estructural EUO, comprendiendo dicha zeolita silicio y al menos un elemento T elegido preferentemente entre aluminio y boro, cuya relación Si/T está comprendida entre 5 y 100.

10. Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 7, en el que la etapa D de isomerización en fase líquida se lleva a cabo a una temperatura inferior a 300 °C, a una presión inferior a 4,0 MPa, a una velocidad espacial inferior a 5,0 h⁻¹ y preferentemente comprendida entre 2,0 y 4,0 h⁻¹, y en presencia de un catalizador que comprenda al menos una zeolita con canales cuya abertura esté definida por un anillo con 10 o 12 átomos de oxígeno (10 MR o 12 MR), preferentemente dicha zeolita es del tipo ZSM-5.

5

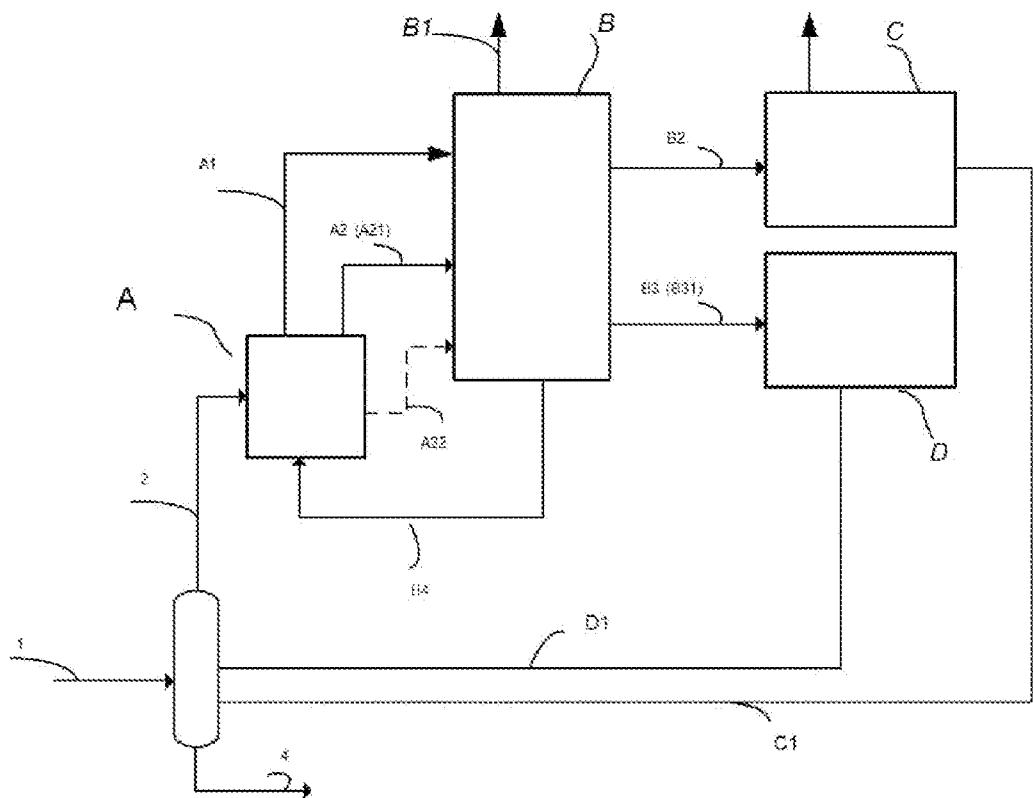


Figura 1

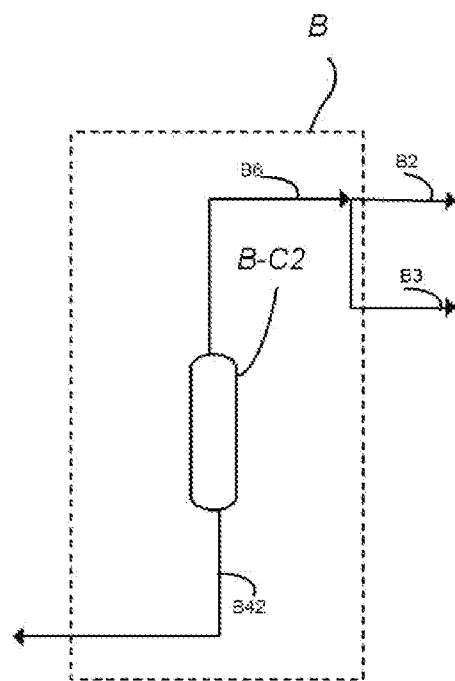


Figura 2a

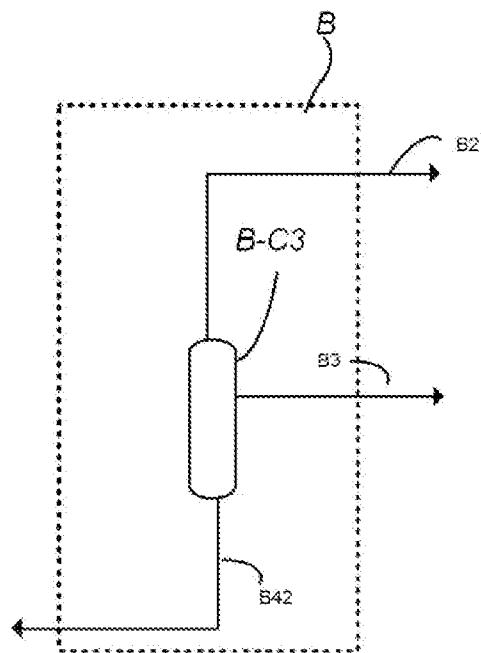


Figura 2b

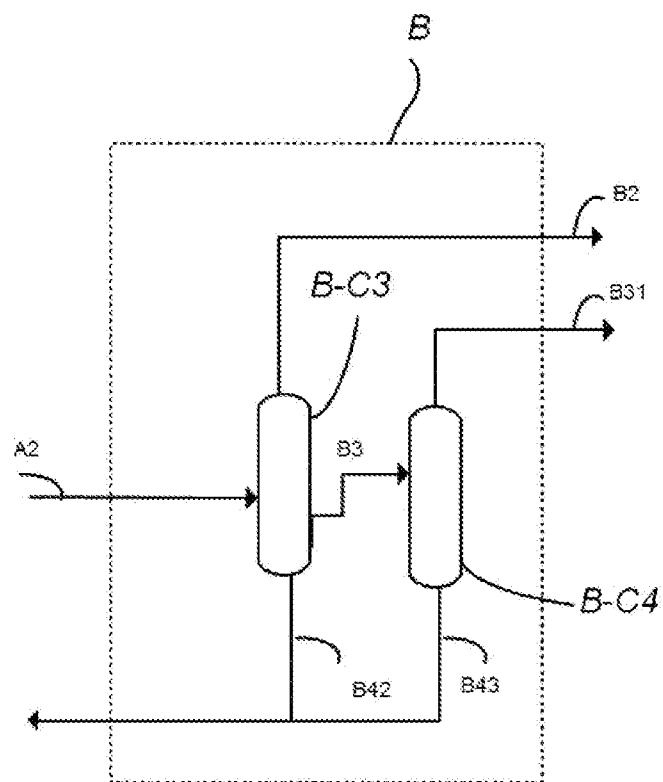


Figura 2c

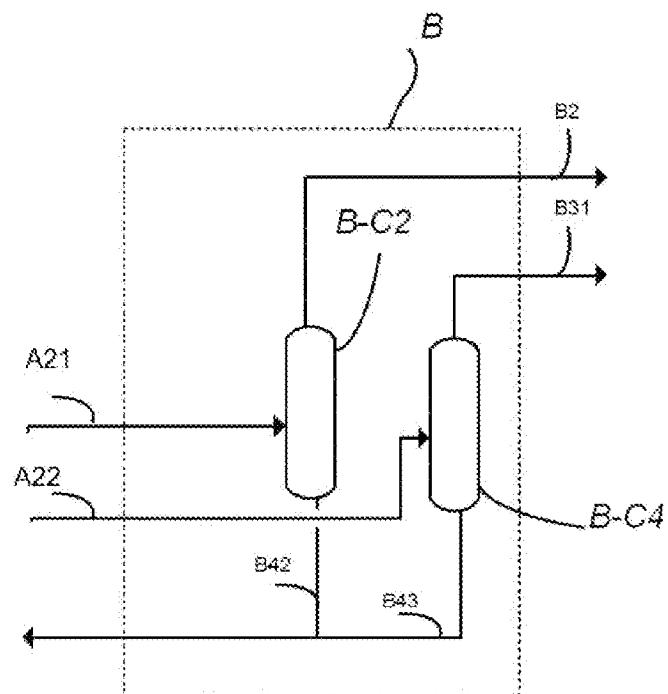


Figura 3a

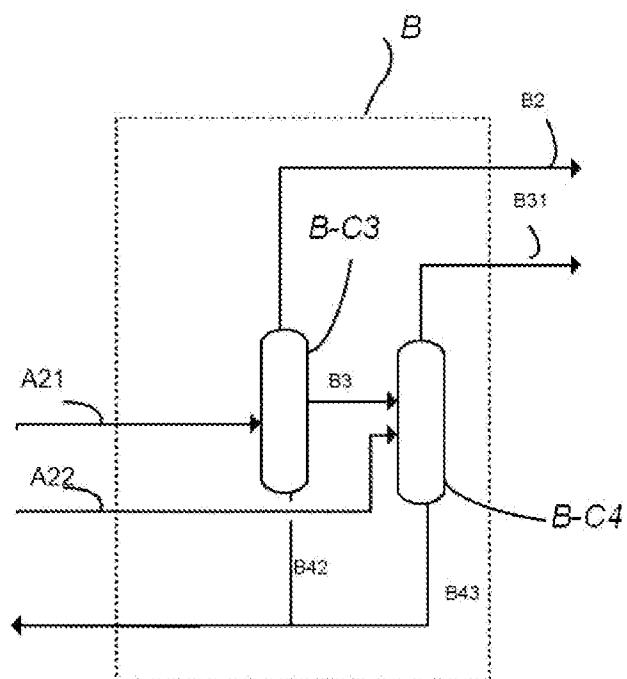


Figura 3b