



PATENTE DE INVENCION
=====

Your Case N° 491

26 8290

Memoria Descriptiva

sobre:

"Procedimiento de producción y recuperación de p-xileno y o-xileno,
de una mezcla que contenga o-, m- y p-xilenos"

Solicitante: SCIENTIFIC DESIGN COMPANY INC., entidad norteamericana,
residente en 2 Park Avenue, Nueva York, 16, (N.Y.),
EE. UU. de A.

Este invento se refiere a un procedimien
to para la producción y recuperación de, a la vez,
p- y o-xileno de una mezcla que contenga o-, m- y
p-xilenos, más especialmente, a un procedimiento que
5. implica la refrigeración y la separación de p-xileno



-2- 26 8290

5. solidificado, la isomerización ulterior del residuo al estado de una mezcla que contenga o-, m- y p-xilenos, la separación de una fracción de punto de ebullición más elevado, que contenga o-xileno, de la mezcla citada, y el dejar una fracción de punto de ebullición inferior que contenga m- y p-xileno, el separar el o-xileno producto al estado de un destilado de la fracción de punto de ebullición más elevado, y el separar una mezcla de xileno de la fracción de punto de ebullición más reducido y el incluirla en la mezcla sometida al tratamiento de recuperación.

10. El p-xileno (o paraxileno) y el o-xileno (u ortoxileno) relativamente puros, son productos químicos industriales muy importantes. Pueden obtenerse de las mezclas de xileno comerciales que contienen a los dos con cantidades apreciables de m-xileno (o metaxileno) y en muchos casos, también etilbenceno. Generalmente, se utiliza equipo muy complicado y costoso, y procedimientos relativamente caros para la producción de las mezclas y para las separaciones. La técnica se enfrenta con el problema de obtener p-xileno y o-xileno partiendo de mezclas de xileno comercialmente asequibles, de un modo más conveniente y económico, especialmente con un gasto inferior de capital de instalación, mediante procedimientos más sencillos o menos costosos.

15. Los descubrimientos asociados con este invento, relativos a la solución de los problemas anteriores, y los objetos conseguidos de acuerdo con este invento tal como en esta Memoria se describe,
- 20.
- 25.
- 30.



-3- 26 8290

- comprenden la provisión de: un procedimiento para la producción y a la vez la recuperación de p-xileno y o-xileno partiendo de una mezcla que contenga o-, m- y p-xilenos, procedimiento que implica la refrigeración de dichas mezcla para solidificar selectivamente p-xileno y el separar el p-xileno producto solidificado calentando una mezcla que contenga los residuos resultantes en las condiciones de isomerización y el separar de la mezcla resultante una fracción de punto de ebullición más elevado, que contenga o-xileno, y una fracción de punto de ebullición inferior, que contenga m- y p-xileno; el separar el o-xileno producto en forma de destilado de pureza elevada, de la fracción de punto de ebullición más elevado; el separar una mezcla de xileno, de la fracción de punto de ebullición inferior, y el incluir esta mezcla en el material de partida sometido al tratamiento de refrigeración; los procedimientos en los que el material de partida nuevo, se mezcla con el xileno sometido al tratamiento de refrigeración; los procedimientos en los que el material de partida nuevo se mezcla con material obtenido de la etapa de isomerización de la reacción; los procedimientos en los que el material de partida nuevo es de la composición siguiente:

25.	etilbenceno	0	á	25%
	o-xileno	15	á	25%
	p-xileno	12	á	25%
	m-xileno	30	á	50%

- los procedimientos en los que la mezcla resultante de la isomerización es de la composición siguiente:

30.



etilbenceno	5 á 20%
o-xileno	2 á 15%
p-xileno	18 á 22%
m-xileno	25 á 55%

5. los procedimientos en los que el p-xileno se solidifica alrededor de -70°C , la fracción de punto de ebullición más elevado se retira en forma de colas alrededor de 198°C y a una presión absoluta de $2,24 \text{ kg/cm}^2$, el o-xileno se retira en forma de destilado alrededor de 150°C y $0,21 \text{ kg/cm}^2$ de presión absoluta, y la mezcla de xileno se separa de la fracción de punto de ebullición inferior, alrededor de 190°C y $0,7 \text{ kg/cm}^2$.
10. Los procedimientos en los que la fracción de punto de ebullición más elevada se retira en forma de colas alrededor de 205°C y $2,24 \text{ kg/cm}^2$ de presión absoluta, y la fracción de punto de ebullición inferior se retira como productos de cabeza alrededor de 175°C y a una presión absoluta de $1,54 \text{ kg/cm}^2$, y alrededor de 70% de p-xileno y 30% de o-xileno se obtienen con un rendimiento del 95% sobre la base del contenido total de xileno del material de partida;
15. los procedimientos en los que la fracción de punto de ebullición más elevado, se retira en forma de colas alrededor de 196°C y una presión absoluta de $2,24 \text{ kg/cm}^2$, y la fracción de punto de ebullición inferior se retira como productos de cabeza alrededor de 175°C , y una presión absoluta de $1,54 \text{ kg/cm}^2$ y alrededor de 30% de p-xileno y 70% de o-xileno, se obtienen con un rendimiento total del 95% con respecto al contenido total de xileno del material de par-
- 20.
- 25.
- 30.



tida; y otros objetos que resultaran evidentes al describirse los detalles de los tipos de este invento que figuran más adelante.

5. El dibujo adjunto es una representación esquemática que comprende dos tipos preferidos de este invento.

10. Para indicar más completamente aún la naturaleza de este invento, se hacen figurar los ejemplos siguientes de un procedimiento típico, en el que las partes y los porcentajes son ponderales, debiendo entenderse que estos ejemplos se indican como aclaratorios solamente, y no se destinan a limitar el alcance del invento.

EJEMPLO 1 -

15. El material de partida de xilenos mezclados empleado, es de la composición siguiente:

etilbenceno	20%
O-xileno	22%
P-xileno	16%
M-xileno	42%

20. Con referencia al dibujo, la alimentación de xilenos mezclados se introduce por las tuberías 11 y 11a y el conducto 12, en el refrigerador 14 en el que su temperatura se reduce suficientemente para solidificar selectivamente el p-xileno, por ejemplo a -70°C. La pasta resultante se hace pasar, por el conducto 16, al separador 18, en el que el sólido se separa en forma de p-xileno producto, que se retira por la tubería 20. Puede obtenerse un p-xileno producto, de pureza superior, utilizando dos o más etapas

25.

30.



26 8290 -6-

de refrigeración y separación (por ejemplo una pureza de 98,5% utilizando una segunda etapa refrigerada a 0°C).

5. El líquido restante se hace pasar, por la tubería 22, al reactor de isomerización 24 donde se calienta a temperatura elevada (por ejemplo 460°C) y a una presión absoluta de 34,3 kg/cm² aproximadamente, en presencia de hidrógeno diluyente y de un catalizador de isomerización, y la mezcla isomerizada resultante, por la tubería 26, se hace pasar al separador 28 en el que se enfría, por ejemplo, a 40°C. Se separa hidrógeno gaseoso que se reintroduce por las tuberías 30 y 34 en el reactor 24. Por estas tuberías puede introducirse hidrógeno adicional de combinación.
10. Los hidrocarburos se condensan en forma de líquido y se dirigen desde el separador 28, por la tubería 36, a la columna fraccionadora 38. Este líquido contiene 1% de material pesado de residuo. Una fracción de punto de ebullición elevado que contiene o-xileno, se retira como colas (a 198°C y una presión absoluta de 2,24 kg/cm²) y se hace pasar por el conducto 40 a la columna fraccionadora 42, en la que se separa el o-xileno (a 150°C y 2,10 kg/cm² de presión absoluta) en forma de producto destilado de cabeza (pureza 95%) y se retira por la tubería 46.
15. Como colas de la columna 42, por el conducto 44, se retira una fracción de productos finales, densos (a 190°C y una presión absoluta de 0,7 kg/cm²).
20. El catalizador puede ser del tipo conocido de platino-alúmina-sílice o equivalente, y por volumen
- 25.

30.

16

268290



-7-

de vapor de hidrocarburo pueden utilizarse alrededor de ocho volúmenes de hidrógeno.

5. De la columna 38 se retira, como destilado una fracción de punto de ebullición inferior (a 175°C y una presión absoluta de 1,54 kg/cm²) y se hace pasar, por el conducto 48, a la columna 50 en la que se separa una fracción de colas ligeras de bajo punto de ebullición (a 120°C y a una presión absoluta de 1,05 kg/cm² que se retira por la tubería 52, Como colas de la columna 50 se retira una fracción de xilenos mezclados (a 170°C y 1,4 kg/cm² de presión absoluta) que se dirige, para su recirculación, al refrigerador 14, por la tubería 12.
- 10.

15. La mezcla de xileno para la recirculación, es de la composición siguiente:

etilbenceno	15%
o-xileno	15%
p-xileno	19%
m-xileno	51%

20. Sobre la base de los xilenos del producto alimentado, se obtiene un rendimiento total del 90% en forma de o- y p-xilenos, aproximadamente en proporciones iguales.

EJEMPLO 2 -

25. Se repite el ejemplo anterior, excepto que la alimentación de xilenos mezclados se introduce por las tuberías 11 y 11b y 36, en la columna 38 junto con la mezcla líquida obtenida del separador 28. Se obtienen resultados análogos en cuanto a rendimientos y calidad de productos. Sin embargo este procedimiento es
- 30.

16 JUN 1964

26 8290



-8-

algo más económico que el del Ejemplo 1, a causa de las exigencias inferiores de recirculación, especialmente en cuanto al componente, o-xileno de la mezcla introducida.

5. EJEMPLO 3 -

Se sigue el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que las colas de la columna 38 se retiran a 205°C y a 2,24 kg/cm² de presión absoluta, y las cabezas de esta columna se retiran a 175°C y 1,54 kg/cm² de presión absoluta, obteniéndose un rendimiento del 95% (70% de p-xileno y 30% de o-xileno).

10. EJEMPLO 4 -

Se sigue el procedimiento del Ejemplo 1, excepto que las colas de la columna 38 se retiran a 196°C y una presión absoluta de 2,24 kg/cm², y las cabezas de esta columna se retiran a 175°C y 1,54 kg/cm² de presión absoluta, obteniéndose un rendimiento total del 95%, (30% de p-xileno y 70% de o-xileno).

20. Pueden obtenerse resultados análogos a los anteriores con distintas modificaciones, entre ellas las siguientes:

La alimentación de xilenos mezclados puede ser de la composición siguiente:

25.	etil-benceno	10-25% o inferior hasta 0%
	O-xileno	15-25%
	P-xileno	12-25%
	M-xileno	30-50%

Los xilenos mezclados para la recirculación pueden tener la composición siguiente:

30.	etilbenceno	5-20%
-----	-------------	-------



26 8290

- o-xileno 2-16%
- p-xileno 18-22%
- m-xileno 25-55%

5. La temperatura en la etapa o etapas de refrigeración, pueden ser del orden de 5 á -70°C ó algo inferior, y pueden usarse cualesquiera medios adecuados de intercambio térmico, tales como contacto interno o directo, con un refrigerante tal como etileno, o contacto indirecto con el refrigerante. Si se desea pueden disponerse medios de rascado para eliminar o soltar los cristales sólidos de las superficies de intercambio de calor. Pueden usarse una o más etapas de refrigeración y separación.

10. El separador de sólidos puede estar constituido por cualquier medio conveniente, tal como un filtro, una centrífuga o una cesta de centrifugado,

15. La reacción de isomerización o equilibrio, puede llevarse a cabo a una temperatura del orden de 425^o a 500^oC y a una presión absoluta del orden de 10,5 a 14 kg/cm². La relación de hidrógeno puede ser del orden de 5 á 10 volúmenes por volumen de vapor de hidrocarburo en el reactor de isomerización.

20. Los productos de p-xileno pueden ser de una pureza del orden de 95-98,5%. Según las condiciones elegidas en la columna fraccionadora 38, la mayor proporción de los xilenos puede recuperarse como p-xileno, o como variante, en forma de o-xileno. Generalmente, la temperatura de las colas en el orden de 200 a 205^oC. a una presión absoluta de unos 2,24

25. kg/cm² proporciona una cantidad mayor de p-xileno,

30.

26 8290 -10-



mientras que una temperatura de las colas del orden de unos 195 a 200°C, alrededor de 2,24 kg/cm² de presión absoluta, proporciona una cantidad mayor de oxígeno.

5. La alimentación líquida a la sección de destilación, contiene hasta alrededor del 5% de materiales de punto de ebullición inferior al de los xilenos, Esta alimentación puede contener hasta alrededor de 3% de materiales de punto de ebullición superior al de los xilenos.
- 10.

Las columnas fraccionadoras pueden ser de cualquier tipo conveniente, por ejemplo bandejas de tamización, platos de barboteo, o similares. Contienen los condensadores de reflujo corrientes y los rehervidores. La columna 38 debe ser equivalente a una columna que contenga 70 platillos o más, y cada una de las demás columnas ha de ser equivalente a una columna que contenga 35 platillos o más.

- 15.
20. Teniendo en cuenta las indicaciones anteriores, los peritos en la materia comprenderán la posibilidad de introducir variaciones y modificaciones en este invento; se trata de que todas ellas queden comprendidas en el alcance del mismo excepto las que no figuren en el campo de las reivindicaciones siguientes.
- 25.

N O T A

30. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la práctica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones

20 8290

-11-



- de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento corresponde a una Solicitud de Patente presentada en Norteamérica con fecha 17 de junio de 1.960, nº ser. 36.810
5. acogándose, por lo tanto, a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, y siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención por 20 años en España: "PROCEDIMIENTO DE PRODUCCION Y RECUPERACION DE P-XILENO Y O-XILENO, DE UNA MEZCLA QUE CONTENGA O-, M- Y P-XILENOS"; caracterizándose por lo siguiente:
- 10.

- 1ª - Procedimiento de producción y recuperación de paraxileno y ortoxileno, de una mezcla que
15. contenga orto, meta, y paraxileno, caracterizado por comprender el enfriar dicha mezcla para solidificar selectivamente paraxileno, y separar el paraxileno solidificado producido; el calentar una mezcla que contenga el residuo resultante, en condiciones de isomerización;
20. el separar la mezcla de isomerización entre una fracción extrema ligera, una fracción de xilenos mezclados, y una fracción más densa que contiene ortoxileno; el hacer pasar la fracción de xilenos mezclados al tratamiento de refrigeración; el destilar separadamente dicha fracción más densa, y el recuperar el ortoxileno destilado que se produce.
- 25.

- 2ª - Procedimiento, según reivindicación 1ª, caracterizado porque el material de partida nuevo, se mezcla con el xileno sometido al tratamiento de refrigeración.
- 30.

26 8290

-12-



3^a - Procedimiento, según reivindicación 1^a, caracterizado porque se mezcla material de partida nuevo, con material obtenido de la etapa de isomerización de la reacción.

5. 4^a - Procedimiento, según reivindicación 1^a, caracterizado porque el material de partida nuevo tiene la composición siguiente:

etilbenceno	0 a 25%
o-xileno	15 á 25%
p-xileno	12 á 25%
m-xileno	30 á 50%

10.

5^a - Procedimiento, según reivindicación 1^a, caracterizado porque el xileno que figura en la mezcla de alimentación es de la composición siguiente:

15.

etilbenceno	5 á 20%
o-xileno	2 á 16%
p-xileno	18 á 22%
m-xileno	25 á 55%

20.

6^a - Procedimiento de producción y recuperación de p-xileno y o-xileno, de una mezcla que contenga o-, m- y p-xilenos, tal y como queda sustancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en el dibujo adjunto.

25.

Esta Memoria consta de doce hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid,

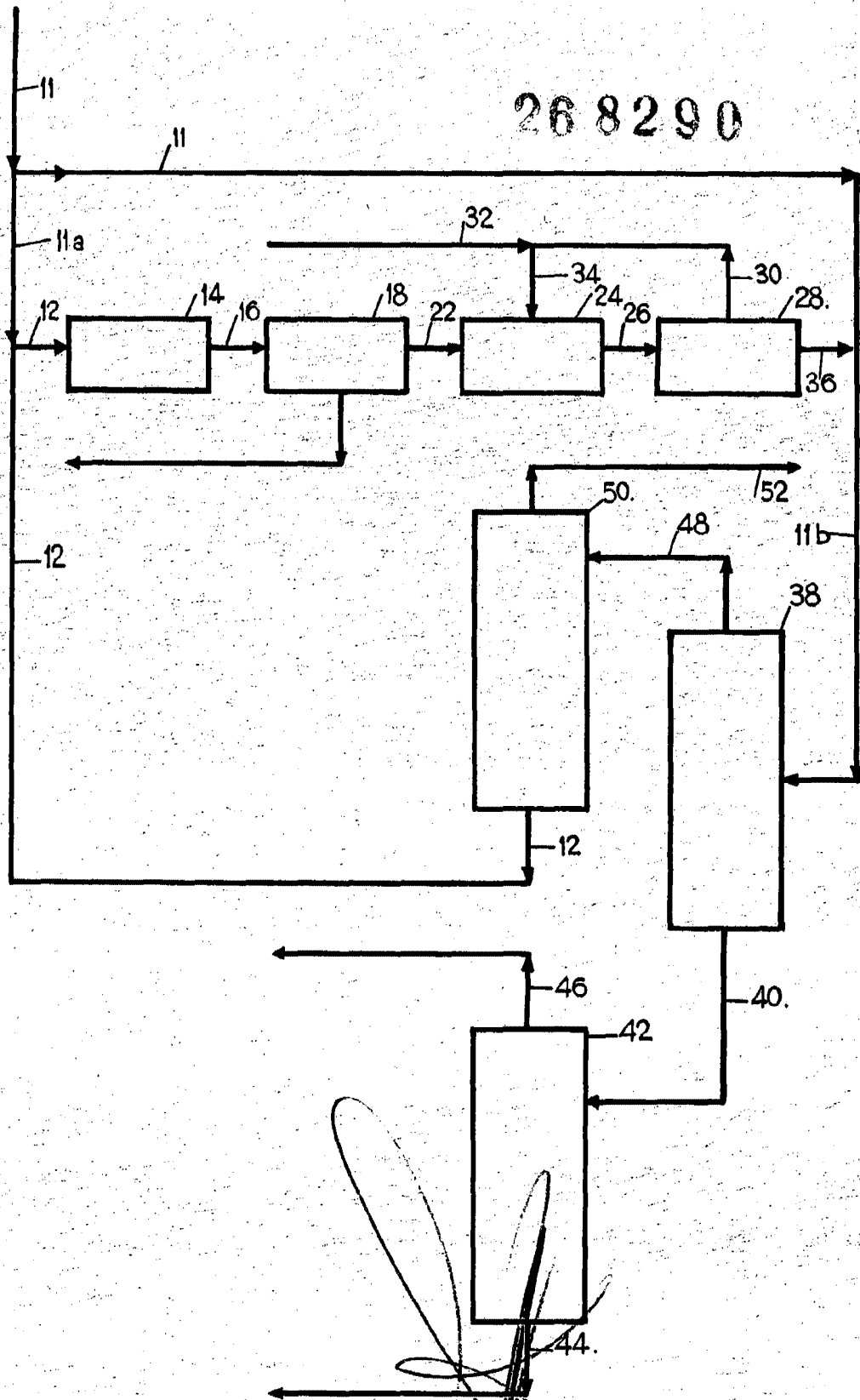
SCIENTIFIC DESIGN COMPANY INC.,

J. GOMEZ ACEBO Y MODESTO

P. S.

16 JUN 1951

268290



MADRID, DE 5 JUN 1961.
SCIENTIFIC DESIGN COMPANY, INC.

J. GONZALEZ
P.D.