



276021  
16 JUL 1962 276021

MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

P A T E N T E D E I N T R O D U C C I O N

formulada el 31 de Marzo de 1962, con el Núm. 276.021

en

E S P A Ñ A

por DIEZ años

a nombre de PHILLIPS PETROLEUM COMPANY, entidad norteamerica, establecida en Bartlesville, Oklahoma, Estados Unidos de América, por:

"UN PROCEDIMIENTO CONTINUO PARA LA SEPARACION DE CICLOHEXANO DE UNA FRACCION DE ISOHEPTANOS QUE CONTIENE CICLOHEXANO"

Este invento tiene que ver con la separación de los componentes de un sistema de múltiples componentes. Se refiere de modo más especial a la separación y purificación de mezclas mediante cristalización. El invento, en una de sus realizaciones, trata de la separación y purificación de los componentes de un sistema de dos componentes, de acuerdo con un procedimiento de cristalización fraccionada continua.

En muchas aplicaciones industriales los componentes químicos se separan por medio de cristalización, cuando -

276021



la separación de los mismos por destilación no resulta --  
práctica o es imposible. La separación por cristalización  
reporta muchas ventajas, tratándose de materias cuya am-  
plitud de puntos de ebullición es relativamente grande, o  
de sustancias que son térmicamente inestables, o de solu-  
ciones que contienen impurezas volátiles y no volátiles o  
de constituyentes que no se desean retener.

En algunos casos es imposible obtener, de una solu-  
ción, un componente del grado de pureza que se desea me-  
diante una sola cristalización. En otros casos, las rela-  
ciones de solubilidad mutua entre los componentes de un -  
sistema de múltiples componentes puede ser de tal índole  
que es preciso recurrir a un método de cristalización --  
fraccionada. Desde un punto de vista teórico, debería bas-  
tar con una cristalización, pues se presume que los cris-  
tales que se separan de una solución tienen una composi-  
ción definida. Pero en la práctica, como quiera que los -  
cristales que se obtienen de una solución de varios compo-  
nentes son cristales impuros, es preciso efectuar más de  
una cristalización para obtener cristales puros. La impu-  
reza de esos cristales, y la consiguiente variedad en su  
composición química, proviene de que el disolvente y --  
otros solutos son absorbidos dentro de los cristales y de  
que esos mismos contaminantes son adsorbidos en la super-  
ficie de los cristales. En la cristalización fraccionada  
corriente, los cristales que se obtienen por cristaliza-  
ción de una porción del líquido se disuelven de nuevo en  
un disolvente o se funden nuevamente y vuelven a cristali-  
zarse, a fin de efectuar una purificación más intensa. El  
producto recristalizado contiene menos impurezas, ya que



276021

la concentración de las impurezas en el nuevo líquido es menor que la del líquido de la cristalización anterior.

5 Por ejemplo, la separación y purificación de los dos componentes de un sistema de dos componentes se lleva a cabo por lotes, mediante varios procedimientos de cristalización y recristalización. Como primer paso se enfría el líquido original, y los cristales que son más ricos en uno de los componentes se separan por cristalización parcial del líquido. Los cristales se trasladan a otro recipiente, donde se funden. Como segundo paso del procedimiento de separación por lotes, se lleva a cabo otra cristalización parcial de los cristales fundidos, obteniéndose cristales más ricos en el componente deseado que los de la primera cristalización. Este método de nueva fusión de los cristales y recristalización parcial puede continuarse hasta obtenerse cristales de la pureza que se desea. El líquido que queda después del primer paso de cristalización puede someterse a otra cristalización parcial, y de ese modo se obtiene un líquido que contiene una cantidad menor aun del otro componente que el líquido original. La cristalización parcial del líquido puede proseguirse hasta obtenerse en el líquido la pureza deseada. Los cristales y el líquido de pureza intermedia pueden reciclarse y utilizarse en el primer paso de cristalización o someterse a nueva cristalización para obtener productos que poseen la pureza deseada.

10

15

20

25

Cada paso de cristalización de un procedimiento de cristalización fraccionada semejante constituye un tratamiento por lotes, en el que los cristales y el líquido se someten a una recristalización o cristalización separada.

30

276021



Sin embargo, el proceso de cristalización, dentro de de-  
terminado paso, puede ser un procedimiento continuo; es -  
decir, que en ese paso se forman cristales y líquido con-  
tinuamente, los cuales se alimentan y retiran continuamen-  
te. En los sistemas de múltiples componentes, cuando se -  
desea obtener más de un componente en forma pura es nece-  
sario separar primero los componentes en estado impuro me-  
diante un paso o una serie de pasos; luego se purifican -  
los componentes impuros en un paso o en una serie de pa-  
sos mediante lavado, fusión o recristalización.

Los métodos que se han descrito exigen un equipo --  
considerable y gran espacio para su funcionamiento. Ade--  
más, el costo de la mano de obra y del equipo en un proce-  
dimiento por lotes explican en gran parte el costo de fun-  
cionamiento del procedimiento. Es sumamente conveniente -  
emplear un procedimiento realmente continuo, y de ese mo-  
do se disminuye considerablemente el costo del equipo y -  
de la manutención, a la vez que se mantiene la capacidad  
deseada.

El objeto principal de este invento es proporcionar  
un método continuo para la separación de mezclas de múlti-  
ples componentes.

Otro objeto del invento es proporcionar un método -  
para la separación de sistemas de múltiples componentes -  
mediante cristalización fraccionada.

Otro objeto más del invento es proporcionar un méto-  
do para la separación y purificación de hidrocarburos de  
alto punto de ebullición y de hidrocarburos térmicamente  
inestables.

Otro objeto más de este invento es proporcionar un

276021



procedimiento continuo de purificación.

Es asimismo uno de los objetos de este invento disminuir el costo de manutención y equipo correspondiente a los procedimientos de cristalización.

5 Otro objeto es también aumentar la capacidad y producción en la separación de los diversos componentes de una mezcla mediante un procedimiento continuo de cristalización fraccionada.

10 Otros objetos y ventajas resultarán obvios para los peritos en el arte al estudiar la descripción que sigue.

15 El presente invento consiste en un procedimiento de cristalización fraccionada en el cual uno, por lo menos, de los componentes de un sistema de múltiples componentes, se separa y purifica simultáneamente. En una de las aplicaciones de este método se hace pasar una solución o masa acuosa de múltiples componentes de una zona de alta temperatura a una zona de temperatura relativamente baja, en condiciones de saturación, con el fin de formar cristales de uno de los componentes, por lo menos. Estos cristales, gracias a su densidad relativa o mediante recursos mecánicos, pasan de la zona de baja temperatura a una zona de temperatura relativamente alta a contracorriente de la solución saturada, y los cristales purificados se descargan de la zona de alta temperatura y constituyen el producto. El líquido, que puede ser también un producto utilizable, se descarga de la zona de baja temperatura. El cambio de temperatura de una zona a otra se efectúa gradualmente y representa la temperatura de cristalización de una solución de determinada composición en cualquier punto intermedio entre las dos zonas. El líquido o solución de ali-

20

25

30



276021

mentación entra normalmen ~~te~~ ~~en~~ El sistema continuo de --  
 cristalización fraccionada por un punto intermedio entre  
 las zonas de temperatura máxima y de temperatura mínima.  
 El procedimiento se lleva a cabo cómodamente, ya sea en --  
 5 una serie de cristalizadores continuos o en una sola to--  
 rre vertical continua o en un tanque horizontal.

El nuevo método de este invento puede aplicarse a --  
 la separación de mezclas de múltiples componentes, lo mis  
 mo que a mezclas de dos componentes. Puede aplicarse en --  
 10 particular a la separación de hidrocarburos que tienen --  
 puntos de ebullición cercanos unos de otros, pero con pun  
 tos de congelación bastante diferentes. Tratándose de hi  
 drocarburos, la manera normal de separación por despojo o  
 destilación exige a veces el empleo de altas temperaturas,  
 15 que no resultan convenientes por cuanto muchos hidrocarbu  
 ros son térmicamente inestables a esas elevadas temperatu  
 ras. Así, la separación de ciertas mezclas de hidrocarbu  
 ros mediante destilación o un procedimiento análogo es --  
 prácticamente imposible. En otros casos los puntos de ebu  
 20 llición de los hidrocarburos pueden ser tan altos que su  
 destilación a esas altas temperaturas es poco económica.  
 Este invento puede aplicarse también a mezclas inorgáni--  
 cas, lo mismo que a mezclas orgánicas, y proporciona un --  
 método cómodo de separar dos compuestos inorgánicos entre  
 25 los cuales se forman solvatos o hidratos. Para simplifi--  
 car la exposición, ésta se limitará principalmente a la --  
 separación de sistemas de dos componentes.

El dibujo de la Fig. 1 es una representación esque  
 mática del aparato que puede utilizarse para poner en --  
 30 práctica una de las realizaciones de este invento, que --



276021

5 consiste en la separación de dos componentes en una serie de cristalizadores conectados entre sí, a fin de obtener una cristalización continua. El flujo de cristales formados en los cristalizadores está en contracorriente del --

10 flujo del líquido que corre entre los cristalizadores separados. El líquido fluye desde un cristalizador que se halla a una temperatura más baja, mientras que los cristales pasan de un cristalizador que se halla a una temperatura más alta, a contracorriente del flujo del líquido.

15 Para lograr un funcionamiento óptimo con este procedimiento, la mezcla líquida de cada cristalizador debe estar -- virtualmente saturada con respecto a los cristales. Este estado de saturación depende de la temperatura y de la -- composición de la mezcla que hay en cada cristalizador y exige por lo tanto regulación de la temperatura, de modo que corresponda a la saturación de la mezcla líquida de --

20 esa composición especial. Las sustancias que forman los componentes separados se retiran, tanto del cristalizador que tiene la más alta temperatura como del cristalizador que tiene la más baja temperatura de la serie. Las condiciones de saturación de que aquí se habla se refieren a -- las condiciones de equilibrio entre sólidos y líquidos.

25 Al efectuar la separación de una mezcla de dos componentes en la serie de cristalizadores que muestra la -- Fig. 1, la mezcla de alimentación entra en el cristalizador 3 por las cañerías 1 y 2. La temperatura del cristali-- zador 3 se mantiene por medio del permutador de calor 30, de modo que la mezcla líquida del cristalizador se halle a la temperatura de cristalización, es decir, en condicio--

30 nes de saturación o de sobresaturación con respecto a la

276021



16 JUN

5 formación de cristales. De esta manera pueden formarse --  
cristales en el cristalizador 3. El líquido precedente --  
del cristalizador 3 se retira de manera continua por la --  
cañería 4 y pasa a un cristalizador 5, en el cual la mez-  
10 cla líquida tiene una temperatura más baja que la del --  
cristalizador 3 y está en condiciones de saturación con --  
respecto a los cristales allí presentes. Los cristales se  
retiran simultáneamente y de modo continuo del cristaliza-  
dor 3 por la válvula de estrella 13 y pasan a la cañería  
15 14, introduciéndose en el cristalizador 15, en el cual la  
mezcla está a una temperatura más alta que en el cristali-  
zador 3 y se halla también en condiciones de saturación --  
con respecto a los cristales allí presentes. La circula-  
ción y mezcla de los cristales y líquido en el cristaliza-  
dor 3 puede obtenerse, si se quiere, por medio del agita-  
dor 25, de modo que se establezca un contacto íntimo en-  
tre los cristales y el líquido saturado y se mantenga en  
todos los puntos una temperatura relativamente uniforme.  
Las condiciones de temperatura se mantienen en el crista-  
20 lizador 5 por medio de un permutador de calor 31, que pue-  
de calentar o enfriar el líquido del cristalizador 5, se-  
gún la temperatura de saturación que se necesita o según  
el incremento o pérdida de calor que se produzca en otros  
sitios del cristalizador. El agitador 24 mantiene el lí-  
25 quido y los cristales adecuadamente mezclados en el cris-  
talizador 5. El líquido saturado pasa del cristalizador 5  
a un cristalizador 7, de temperatura más baja. La mezcla  
líquida se mantiene en condiciones de saturación en el --  
cristalizador 7 y la temperatura se conserva lo bastante  
30 baja para lograr allí la formación continua de cristales.



276021

La temperatura del cristalizador 7 se mantiene por medio de un elemento permutador de calor 32 situado en el cristalizador 7. El agitador 23 mantiene mezclados los cristales y a una temperatura uniforme. Por la cañería 8 se retira un líquido de bastante pureza que contiene un componente de la mezcla original, como producto del proceso.

5 Los cristales que constituyen el otro componente de la -- mezcla son descargados del cristalizador 7 por la válvula de estrella 9, pasan a la cañería 10 y son conducidos al

10 cristalizador 5 a contracorriente del flujo del líquido del cristalizador 5. Los cristales procedentes del cristalizador 7 se mezclan íntimamente con líquido saturado en el -- cristalizador 5 y los cristales resultantes se retiran --

15 por la válvula de estrella 11. Estos cristales son conducidos luego por la cañería 12 al cristalizador 3, donde -- se mezclan de nuevo íntimamente con líquido saturado en -- el cristalizador 5 y los cristales resultantes se retiran

20 por la válvula de estrella 11. Los cristales son conducidos luego por la cañería 12 al cristalizador 3, donde se mezclan de nuevo íntimamente con la mezcla líquida saturada, y los cristales resultantes se retiran nuevamente por la válvula de estrella 12 y entran en la cañería 14. Los cristales de la cañería 14 se introducen al cristalizador

25 15, donde se mezclan los cristales con un líquido saturado que tiene una temperatura más alta que el líquido del cristalizador anterior. La temperatura dentro del cristalizador 15 se mantiene por medio de un permutador de calor 29 situado en el cristalizador. El agitador 26 ayuda a que circulen el líquido y los cristales. El líquido se

30 retira del cristalizador 15 por la cañería 22 y entra en

276021



la cañería 2 y en el cristallizador 3. Los cristales procedentes del cristallizador 15 son descargados por la válvula de estrella 16 a la cañería 17 y son conducidos al cristallizador 18. El cristallizador 18 está a una temperatura más alta que los cristallizadores anteriores y el líquido que hay dentro del cristallizador se halla virtualmente en condiciones de saturación. La temperatura es mantenida por el conmutador de calor 28 situado en el cristallizador. El agitador 27 mantiene mezclados los cristales y el líquido. Los cristales finales, constituidos por un componente de la mezcla se retiran por la válvula de estrella 19 y la cañería 20 y representan un producto del proceso. El líquido procedente del cristallizador 18 entra en el cristallizador 15 por la cañería 21.

Cabe observar que los cristales se forman en el extremo de baja temperatura de la serie de cristallizadores y pasan a contracorriente del líquido a un cristallizador de temperatura más alta y se retiran como producto del extremo de alta temperatura de la serie de cristallizadores. Por otra parte, la mezcla líquida fluye en condiciones de virtual saturación del extremo de alta temperatura al extremo de baja temperatura de la serie de cristallizadores. El líquido se retira por el extremo de baja temperatura del cristallizador. Parte del líquido puede agregarse al líquido de alimentación para ser reciclado.

Los cristales que se forman en el cristallizador 7, el cristallizador de más baja temperatura, contienen la cantidad máxima del otro componente en calidad de impurezas. Estos cristales, al introducirse en el cristallizador 5 a una temperatura más alta, pero en condiciones de satu

276021



5 ración, se disuelven en parte o se funden; los cristales  
más impuros se disuelven y los menos impuros quedan sin -  
disolver. Pueden formarse nuevos cristales en el cristali-  
zador 5, que corresponden en pureza a la de los cristales  
que quedan sin disolver en el cristalizador 7. Además, el  
tamaño de los cristales que quedan sin disolver puede au-  
mentar en virtud de la cristalización que tiene lugar en  
la superficie del cristal. Cuando los cristales proceden-  
tes del cristalizador 5 se introducen en el cristalizador  
10 3 que está a una temperatura todavía más alta que la del  
cristalizador 5, los cristales más impuros se disuelven,  
como ha ocurrido antes, y los cristales menos impuros que  
dan sin disolver. Sin embargo, no es esencial al funcio-  
nar este procedimiento que se formen cristales en ninguno  
15 de los cristalizadores, excepto en el cristalizador 7 que  
tiene la temperatura más baja. Los otros cristales pueden  
servir tan sólo para mantener el equilibrio entre los --  
cristales y el líquido, de modo que los cristales más im-  
puros tienden a disolverse. Ello da por resultado que se  
20 descarguen del cristalizador 18, el último cristalizador,  
los cristales más puros. El grupo de cristalizadores, en-  
tre el cristalizador de alimentación y el del extremo de  
baja temperatura de la serie de cristalizadores actúa de  
dos maneras: como cristalizador continuo (formación de -  
25 cristales) y como purificador continuo (que disuelve los  
cristales impuros).

Los cristales que se retiran del cristalizador 3 y  
se introducen en el cristalizador 15 se vuelven a disol-  
ver en parte o se funden; los cristales más impuros vuel-  
ven a disolverse y los cristales más puros quedan sin di-  
30

276021

16



5 solver. El cristizador 18 desempeña la misma función. Los cristales que se retiran de este último cristizador o cristizador de alta temperatura son los cristales más puros que pueden obtenerse. Su pureza depende esencialmente del número de cristizadores que se utiliza. Estos -- cristizadores, entre la entrada de alimentación y el extremo de más alta temperatura de la serie, sirven principalmente como medio de purificación más bien que como elemento de cristalización, porque son pocos los cristales, -- si algunos se producen, que se forman en ellos.

10 Las impurezas contenidas o adsorbidas en la superficie de los cristales constituyen el otro o los otros componentes de la mezcla. Los cristales impuros tienen la -- tendencia a volverse a disolver o a fundirse a temperaturas de saturación más bajas que los cristales puros; ello explica que vuelvan a disolverse los cristales impuros, -- más bien que los cristales puros. Es esencial que la mezcla líquida de cada uno de los diversos cristizadores -- esté en condiciones de virtual saturación a las temperaturas respectivas, de modo que sólo los cristales impuros -- se vuelven a disolver.

15 Los cristales que se descargan de los cristizadores pueden filtrarse a fin de separar el líquido que -- arrastran. Sin embargo, no siempre se necesita la filtración, ya que los cristales se lavan continuamente en el -- cristizador siguiente en que se introducen. En la mayor parte de los procedimientos la filtración es esencial, a fin de separar los cristales por completo. También es preciso a menudo lavar los cristales, a fin de que queden libres de cualquier líquido contaminante. Sin embargo, en --

276021

16



5 el presente método estas dos fases se incorporan en una -  
operación continua, de modo que los cristales que se reti-  
ran y forman el producto se han lavado y separado del --  
otro componente de la mezcla y de esa manera los crista--  
les están esencialmente exentos del otro componente. Así,  
pues, en la aplicación normal del presente invento no es  
necesario filtrar el producto final.

10 Los cristales mismos pueden conducirse, de uno a --  
otro cristizador, de alguna manera cómoda, por ejemplo,  
por medio de transportadores de tornillo sin fin, trans--  
portadores de correa o mediante conductos. Colocando un --  
cristizador de temperatura más baja por arriba de un --  
cristizador de temperatura más alta, pueden conducirse  
15 los cristales de uno a otro cristizador mediante grave--  
dad y a contracorriente del líquido que se introduce por  
medio de una bomba en el otro cristizador.

20 Tratándose de un sistema de múltiples componentes es  
posible retirar productos cristalinos, de diferentes com-  
ponentes, de los cristizadores intermedios, lo mismo --  
que de los cristizadores del extremo. Así, pues, puede  
retirarse un producto cristalino del extremo de alta tem-  
peratura de la serie de cristizadores, y retirarse tam-  
bién uno o más productos cristalinos de los cristizado-  
res situados entre los extremos de alta y de baja tempera-  
25 tura de la serie, como, por ejemplo, del cristizador 3,  
por la cañería 33. Al funcionar la instalación, si se re-  
tira un producto cristalino del cristizador 3, una par-  
te de los cristales continúa pasando al cristizador 15,  
y así sucesivamente, y puede retirarse otro producto orig-  
30 talino del cristizador 18. El líquido que se retira del

16



276021

extremo de baja temperatura de los cristalizadores puede contener uno de los productos que se desean obtener del proceso.

5 El dibujo de la Fig. II presenta un aparato que sirve para poner en práctica otra modificación del presente método. La cristalización se lleva a cabo en un recipiente horizontal dotado de elementos mecánicos para transportar los cristales del extremo de baja temperatura al extremo de alta temperatura del recipiente. Así, por ejemplo, el recipiente 52 consiste en una artesa cerrada con un fondo semicilíndrico, que lleva un elemento de transportador 56. Un extremo del recipiente contiene un conducto cerrado 53, que sirve para introducir un medio destinado a mantener una temperatura relativamente alta.

15 Al ponerse a funcionar la instalación se introduce una mezcla de alimentación por la cañería 51 en el recipiente 52. La mezcla líquida fluye horizontalmente en dirección del extremo de baja temperatura de dicho recipiente y es descargada por el conducto de salida 58. Los cristales se forman en el extremo de baja temperatura del recipiente y son conducidos, a contracorriente del flujo del líquido, al extremo de alta temperatura de dicho recipiente. El transportador 56 puede consistir en una cadena o una correa provista de paletas, 57. Estas paletas están perforadas o constituidas por un cedazo, de manera que el líquido fluya al través de ellas, pero los cristales son retenidos en las paletas o por medio de ellas. De este modo los cristales son movidos a contracorriente del líquido por la acción de las paletas del transportador. Cuando regresan, las paletas quedan situadas más arriba del lí-



276021

quido y no impiden ni entorpecen el flujo del líquido que hay en el recipiente 52. Los cristales se acumulan en el extremo de alta temperatura del recipiente semicilíndrico 52 y se retiran por la válvula de estrella 59 y la cañería 60.

5

Cuando el procedimiento se lleva a cabo en un solo recipiente, como indica la Fig. II, entran en juego los mismos principios y modo de funcionamiento que en el caso de la serie de cristalizadores que presenta la Fig. I. En teoría los cristalizadores de la Fig. I pueden colocarse tan cerca uno de otro que no necesitan de conductos para trasladar el líquido y los cristales de un cristizador a otro, constituyendo así esencialmente un solo recipiente, como en la Fig. II. La mezcla líquida fluye del conducto de entrada de alimentación 51 y del extremo de alta temperatura del recipiente 52 de la Fig. II, en condiciones de saturación, al extremo de baja temperatura de dicho recipiente, disminuyendo poco a poco la temperatura en dirección del flujo. Los cristales se forman principalmente en el extremo de baja temperatura del recipiente, pero pueden formarse también cristales en la mezcla saturada, entre el punto de introducción o alimentación y el extremo de baja temperatura del recipiente. Para que el proceso se lleve a cabo de la manera más adecuada, la mezcla de alimentación se introduce de preferencia en condiciones de saturación, por un punto del recipiente que satisface tales condiciones. Las impurezas de los cristales constituidas por los otros componentes de la mezcla son disueltas de nuevo por la mezcla líquida, a medida que avanzan los cristales a contracorriente del flujo del lí-

10

15

20

25

30

276021

16



quido en el recipiente. El desalojamiento del líquido por los cristales que se hacen pasar del extremo de baja temperatura al extremo de alta temperatura del recipiente -- provoca en parte el flujo del líquido en dirección contra 5 ria.

Puede utilizarse cualquier tipo adecuado de transportador para conducir los cristales en el recipiente, como, por ejemplo, un transportador de correa plana, un transportador de cangilones o dispositivos de raspado. Pequeños transportadores de tomillo sin fin situados en la 10 parte inferior del recipiente pueden transportar también los cristales al otro extremo. La conducción de los cristales al extremo del recipiente puede efectuarse también levantando el extremo de temperatura baja del recipiente, 15 de modo que el recipiente quede inclinado; los cristales al caer a través del líquido caen en dirección del extremo de alta temperatura. Cuando los cristales se levantan y entran de nuevo en el líquido por medio de un agitador espiral, los cristales caen otra vez en dirección del extremo de alta temperatura del recipiente. De esta manera 20 los cristales avanzan hacia el extremo de alta temperatura, a la vez que se arrojan en la mezcla líquida. En algunos casos es conveniente proporcionar una espiral perforada.

Puede utilizarse cualquier método adecuado para el enfriamiento del extremo de baja temperatura del recipiente. La temperatura que se necesita efectivamente en el extremo de baja temperatura del recipiente depende de la 25 mezcla especial de que se forman los cristales. En algunos casos puede utilizarse agua de enfriamiento y en otros casos pueden necesitarse refrigerantes, como el propano o 30

278021



el amoníaco. De manera análoga pueden utilizarse diversos recursos para calentar el extremo de alta temperatura del recipiente. En algunos casos puede emplearse vapor o agua caliente; en otros, puede necesitarse vapor sobrecalentado o gases para mantener la temperatura apropiada.

5 El dibujo de la Fig. III indica una manera de poner en práctica el método, semejante a la de la Fig. II; pero el recipiente está construido en posición vertical, en vez de horizontal. El recipiente 72 está lleno completamente del líquido; el líquido se dirige hacia arriba, mientras que los cristales se dirigen hacia abajo, en virtud de sus relativas densidades. Al funcionar la instalación, una mezcla de alimentación entra en el recipiente 72 por la cañería 71 y se dirige hacia arriba. Al avanzar la mezcla líquida con rumbo a la parte superior de la torre, se forman cristales continuamente. Por la parte superior del recipiente o columna 72 se retira un líquido esencialmente libre del componente que forma los cristales, por la cañería 75 y ese líquido entra en el enfriador 73. Una parte del líquido se hace circular de nuevo por la cañería 76 y la bomba 77, retirándose la parte restante por la cañería 78. Los cristales que caen a través de la mezcla líquida en la columna 72 se acumulan en el fondo y se retiran por la válvula de estrella 79 y la cañería 80, como producto del proceso. El fondo de la columna 72 se mantiene a una temperatura considerablemente más alta que la de la parte superior de la columna, por medio del calentador 74. La mezcla líquida que contiene el recipiente 72 está saturada, y la temperatura de la mezcla líquida disminuye poco a poco desde el fondo de la torre hasta la parte su-

10

15

20

25

30

278021



5 perior de la misma. Al igual que en las realizaciones de este invento antes descritas, pueden retirarse más productos por puntos situados entre la parte superior y el fondo de la columna 72, según la composición de la mezcla y las condiciones de saturación de los diversos componentes de la mezcla.

10 En algunas aplicaciones de este método la zona de alta temperatura está situada en la parte superior de la torre y la zona de baja temperatura en el fondo de la columna. Esta no es siempre, desde luego, la disposición que se adopta, sino que la disposición depende de las características de los diversos componentes de las mezclas. En los casos en que la zona de alta temperatura está situada en la parte superior de la columna, es preciso conducir 15 los cristales mediante recursos mecánicos, como, por ejemplo, por medio de transportadores del tipo de cangilones u otros dispositivos por el estilo, a la parte superior y descargarlos de la torre.

20 En general, la concentración del componente de más bajo punto de congelación se efectúa en el extremo de baja temperatura del recipiente, y el componente de más alto punto de congelación se recoge en el extremo de alta temperatura del recipiente. En algunos casos, tratándose de sustancias que tienen coeficientes de solubilidad de 25 temperatura negativos, puede hacerse necesario recoger los cristales en el extremo de baja temperatura del recipiente y concentrar el líquido en el extremo de alta temperatura del recipiente. Sin embargo, en la mayoría de los casos, los cristales se recogen en el extremo de alta 30 temperatura del recipiente. Puede que en algunos casos --

276021



sea conveniente mantener una temperatura lo bastante alta para fundir los cristales en el extremo de alta temperatura del recipiente, lo que permite retirarlos en forma líquida.

5            La conveniencia de mantener un recipiente en posición horizontal o en posición vertical depende a menudo de los pesos específicos de los componentes que se separan, y en algunos casos, cuando los cristales tiene un peso específico mayor que el de cualquier parte del líquido de que se están separando, puede ser enteramente posible  
10            hacer que el proceso funcione sin elementos mecánicos para mover los cristales del extremo frío al extremo caliente. Mediante una proyección adecuada del aparato puede utilizarse la fuerza centrífuga para suplementar o reemplazar la gravedad.  
15

            Cuando la nucleación no ocurre fácilmente hay tendencia a formarse soluciones sobresaturadas en el extremo de baja temperatura del cristizador. Si hay sobresaturación pueden formarse cristales en la superficie del elemento de enfriamiento, que tienden a impedir la transferencia de calor y el traslado de los cristales al extremo de alta temperatura del recipiente. Un elemento apropiado de raspado permite vencer esta dificultad, haciendo que los cristales se raspen de la superficie del elemento de enfriamiento.  
20  
25

            Los cristales y la mezcla líquida contenidos en el recipiente o en la serie de cristalizadores han de estar virtualmente en equilibrio en todo momento, en las condiciones especiales de temperatura y composición. Para lograr ese equilibrio debe haber gradación entre los extre-  
30

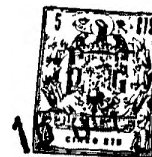
276021



mos de alta y baja temperatura, y la temperatura debe ser de un grado que corresponda a la temperatura de saturación de determinada mezcla en cualquier punto determinado. En condiciones normales el sistema mismo asume esta gradación de temperatura y ese fenómeno de equilibrio, en virtud de que los cristales se mueven a contracorriente del líquido, de la zona de temperatura baja a la zona de temperatura alta. En cada extremo del recipiente la composición de la mezcla es sumamente rica en un componente y sumamente baja en el otro componente, pero las condiciones de saturación persisten aún.

El flujo del líquido en una dirección, según lo exige este método, es provocado por dos factores: uno es la introducción del material de alimentación y el retiro de un líquido, y el otro es la nueva fusión y nueva disolución de los cristales y el movimiento de los mismos a través de la mezcla líquida a contracorriente, que desplaza el líquido que debe fluir en dirección contraria a los cristales. Sólo se retira una parte de los cristales; el resto se acumula y se vuelve a disolver. Este procedimiento puede aplicarse a mezclas de múltiples componentes, lo mismo que a sistemas de dos componentes. Sin embargo, la aplicación a mezclas de múltiples componentes exigiría un mejor ajuste de las condiciones de cristalización y de los elementos que permiten retirar varios productos cristalinos. En caso de componentes que forman eutécticos, el eutéctico será un producto del proceso.

El recipiente o artesa que se emplea en la aplicación que presenta la Fig. II puede consistir en un recipiente abierto, lo mismo que en un recipiente cerrado.



276021

5 Cuando se trata de un recipiente abierto, en el cual la -  
 superficie de la mezcla líquida se halla en contacto con  
 la atmósfera, la evaporación del componente más volátil -  
 puede contribuir a facilitar la cristalización y separa-  
 10 ción de los componentes menos volátiles. Por lo tanto, en  
 muchos casos puede ser conveniente utilizar un recipiente  
 abierto, ya que la evaporación del componente más volátil  
 en el extremo de alta temperatura del recipiente hace que  
 la mezcla se concentre todavía más con relación al compo-  
 nente menos volátil o al componente que se cristaliza.

EJEMPLOS

15 Un ejemplo específico de la aplicación de este pro-  
 cedimiento de cristalización fraccionada lo ofrece la se-  
 paración del paraxileno de una mezcla que contiene etil-  
 benceno y orto-, meta- y paraxilenos.

El Cuadro I indica la relación de los puntos de con-  
 gelación y de los puntos de ebullición de estos compues-  
 tos.

20

CUADRO I

	Punto de congelación	Punto de ebullición
	°C	°C
Etilbenceno	-93,9	136,2
25 Metaxileno	-53,6	138,8
Ortoxileno	-29,0	144,0
Paraxileno	+13,2	138,5

30 Por el cuadro preinserto resulta manifiesto que la  
 separación del paraxileno de la mezcla compleja plantearía



276021

5 un problema muy difícil si se utilizara la destilación --  
 fraccionada, la cual exigiría un gran número de contactos  
 de equilibrio y una alta relación de flujo. Hay apenas --  
 una diferencia de 0,3º C. entre los puntos de ebullición  
 del metaxileno y el paraxileno, y una diferencia de sólo  
 2,3º C. entre los puntos de ebullición del etilbenceno y  
 el paraxileno.

10 Por otra parte, los puntos de congelación de los --  
 componentes acusan diferencias grandes. El paraxileno se  
 congela a una temperatura 107,1º C. mayor que el etilben-  
 ceno, 66,8º C. mayor que el metaxileno y 42,2º C. mayor --  
 que el ortoxileno. Es, pues, evidente que la separación --  
 de estos compuestos resulta mucho más sencilla mediante --  
 cristalización fraccionada que mediante destilación.

15 Los cuadros que se dan a continuación presentan --  
 otros ejemplos de mezclas de hidrocarburos que pueden se-  
 pararse mediante este procedimiento, y dichos cuadros in-  
 dican los puntos de congelación y de ebullición en condi-  
 ciones de presión atmosférica.

20

CUADRO II

25

	Punto de congelación	Punto de ebullición
	ºC.	ºC.
Benceno	5,56	80
Tolueno	-95,0	110

276021

16



CUADRO III

	Punto de congelación	Punto de ebullición
	°C.	°C.
Naftaleno	80,22	217
Tolueno	-95,0	110

5

CUADRO IV

	Punto de congelación	Punto de ebullición
	°C.	°C.
Estireno	-30	141
Etilbenceno	-95	136

10

La separación completa de los compuestos arriba indicados puede llevarse a cabo cómodamente con arreglo al presente método de cristalización fraccionada. El presente invento resulta especialmente ventajoso para la separación de compuestos orgánicos, ya que desaparece por completo el peligro de la descomposición térmica a las temperaturas que se necesitan para su separación mediante destilación.

15

20

En el caso de la separación del ciclopentadieno y el diciticlopentadieno, según indica el Cuadro V, los puntos de ebullición de los compuestos están suficientemente distantes para poderse efectuar la separación mediante destilación. Sin embargo, al destilarse, el diciticlopentadieno se descompone y convierte en ciclopentadieno y ello hace imposible la separación de los compuestos. Mediante un procedimiento de cristalización fraccionada semejante a la del presente invento, pueden separarse el diciticlopen-

25

30

276021



dieno y el ciclopentadieno y purificarse sin que haya descomposición

CUADRO V

	Punto de congelación	Punto de ebullición
	°C.	°C.
Ciclopentadieno	-85	41
Diciclopentadieno	33	170

5

10

15

20

El benceno y el diciclopentadieno se hallan presentes a menudo en la misma mezcla de hidrocarburos. Resulta también más o menos imposible separar esos compuestos mediante destilación, ya que el diciclopentadieno se descompone, convirtiéndose en ciclopentadieno, de modo que el ciclopentadieno así formado se retira por destilación conjuntamente con el benceno. (Véanse los Cuadros I y V). La separación del benceno y el diciclopentadieno puede efectuarse cómodamente mediante el procedimiento de cristalización de este invento, obteniéndose el benceno, como producto virtualmente puro.

25

El ciclohexano se halla presente a menudo en las fracciones de isoheptano, en concentraciones de hasta como 25 por ciento. A veces es preciso separar los heptanos del ciclohexano; pero a causa de que esos compuestos tienen puntos de ebullición muy cercanos, resulta difícil efectuar tal separación. Como indica el Cuadro VI los puntos de congelación del ciclohexano y del isoheptano están muy separados y por consiguiente permiten realizar una buena separación mediante cristalización fraccionada.

276021

15



CUADRO VI

	Punto de congelación	Punto de ebullición
	°C.	°C.
5      Ciclohexano	5,86	80,8
Isopentanos	62 a 136	87 a 99

10      Como muestra el Cuadro VII que se inserta luego, la separación del neoctano (2,2,3,3-tetrametilbutano) de los otros octanos puede realizarse con mucho menos dificultad mediante cristalización fraccionada que mediante destilación.

CUADRO VII

	Punto de congelación	Punto de ebullición
	°C.	°C.
15      Neoctano	+101	106
Otros octanos	> - 90	105 a 125

20      Otra posible aplicación del presente procedimiento de cristalización fraccionada es la eliminación de las ceras de los aceites de petróleo. La separación de las ceras de los aceites de petróleo mediante destilación resulta prácticamente imposible, ya que los límites de los puntos de ebullición de las ceras y de los aceites son muy cercanos. Por lo tanto, una buena parte de la eliminación de las ceras se hace actualmente mediante extracción selectiva de las ceras por medio de disolventes. Efectuando  
25  
30      la cristalización fraccionada de las ceras con arreglo al

276021



método de este invento puede obtenerse una separación casi completa de las ceras y los aceites. Las diferentes ceras que se han separado de los aceites pueden separarse luego entre sí y purificarse volviendo a disolver las ceras en un disolvente y sometiendo la solución a nueva —  
5 cristalización fraccionada. De esta manera puede obtenerse un aceite de petróleo virtualmente exento de cera, y obtenerse una cera purificada, y de la calidad deseada, — de la totalidad del producto de ceras.

10 Pueden separarse también sistemas de tres componentes por medio de cristalización de la manera que aquí se describe. Por ejemplo, en el sistema de tres componentes formado por carbonato de sodio, sulfato de sodio y agua, — pueden quitarse de la solución el carbonato de sodio y el  
15 sulfato de sodio mediante cristalización, obteniéndose — productos separados.

Entre otros sistemas a que puede aplicarse el presente invento y en los que ofrece ventajas especiales la separación por cristalización, está el que consiste en ni  
20 trato de sodio, cloruro de sodio y agua, en el cual al — descender la temperatura se disminuye la solubilidad del nitrato de sodio y se aumenta la solubilidad del cloruro de sodio; y lo mismo pasa con el sistema que consiste en hidróxido de sodio, cloruro de sodio y agua.

25 Habiendo descrito una forma preferida del invento y señalando las condiciones que deben observarse al aplicar el invento a diversos procedimientos, es obvio que los en tendidos en el arte podrán introducir diversas modificaciones, sin separarse del alcance y fines del invento.



N O T A 276021

Los puntos de invención propia, no nueva, pero no es  
tablecida, practicada ni divulgada en España, que se pre-  
sentan para que sean objeto de esta Patente de Introduc-  
ción, por DIEZ años, son los siguientes:

1. Un procedimiento continuo destinado a separar ci  
clohexano, el cual consiste en hacer pasar de modo conti-  
nuo una mezcla líquida que contiene isoheptanos y cicloe  
xano, de una zona de temperatura relativamente alta a una  
zona de temperatura relativamente baja, en una zona exten-  
sa de separación y purificación, en condiciones tales que  
la temperatura de dicha mezcla líquida disminuya gradual-  
mente; mantener, mediante intercambio indirecto de calor,  
en dicha zona de temperatura relativamente alta una tempe-  
ratura un poco más alta que la del punto de fusión de los  
cristales puros de ciclohexano; mantener, mediante inter-  
cambio indirecto de calor, dicha zona de temperatura rela-  
tivamente baja, a una temperatura inferior a la del punto  
de solidificación de los cristales que contienen ciclohe-  
xano e isoheptanos, pero superior a la temperatura a que  
se solidifica toda la mezcla, de modo que se formen en --  
ella cristales de múltiples componentes; hacer pasar, de  
manera continua y mecánicamente, dichos cristales hacia --  
dicha zona de temperatura relativamente alta, de modo que  
su temperatura aumente gradualmente y disminuya en ella --  
la concentración de isoheptanos, y finalmente, fundir por  
completo los cristales de ciclohexano; hacer pasar conti-  
nuamente una porción del ciclohexano fundido hacia dicha  
zona de baja temperatura, en forma de reflujo; introducir

276021



5 continuamente dicha fracción de isochetanos, como material de alimentación en dicha mezcla líquida, por un punto situado entre dichas zonas, de modo que se proporcione una zona esencialmente de cristalización entre dicho punto y dicha zona de baja temperatura y una zona de purificación entre dicho punto y dicha zona de alta temperatura; y retirar continuamente ciclohexano líquido de dicha zona de temperatura relativamente alta y un líquido rico en dichos isochetanos, y sobre en ciclohexano, de dicha zona de temperatura relativamente baja.

10 2. El procedimiento a que se refiere la reivindicación 1, en el cual dicho material de alimentación se introduce en dicha mezcla líquida a la temperatura a que se halla la mezcla en el punto de introducción del material.

15 3. El procedimiento continuo para la separación y purificación de una mezcla orgánica de múltiples componentes de la que se separan por enfriamiento cristales que contienen dos componentes, por lo menos, de diferentes puntos de fusión, que consiste en introducir continuamente como material de alimentación una mezcla orgánica líquida, de múltiples componentes, en una zona de separación y purificación, alargada horizontalmente, en un punto situado entre los extremos de la misma; mantener continuamente, mediante intercambio indirecto de calor, una temperatura en un extremo de dicha zona un poco superior a la del punto de fusión del componente de más alto punto de fusión de dicha mezcla y en el otro extremo de dicha zona una temperatura tan baja, por lo menos, como la del punto de solidificación de los cristales de múltiples componentes y superior a la del punto de solidificación de toda la

20

25

30

276021



mezcla; hacer pasar continuamente dicho líquido hacia el extremo de baja temperatura, de modo que se formen cristales de múltiples componentes; hacer pasar de manera continua y mecánicamente los cristales así formados hacia el extremo de alta temperatura y elevar así gradualmente la temperatura de los mismos y fundir los componentes de bajo punto de fusión, y fundir finalmente por completo dichos cristales; hacer pasar continuamente una porción del componente de punto de fusión más alto hacia dicho extremo de baja temperatura en flujo a contracorriente de dichos cristales en forma de reflujo, y retirar continuamente un componente líquido separado, de punto de fusión más alto, de dicho extremo de alta temperatura y un líquido pobre en dicho componente, de punto de fusión más alto, de dicho extremo de baja temperatura.

4. Un procedimiento continuo para la separación y purificación de una mezcla orgánica de múltiples componentes, de la que se separan por enfriamiento cristales que contienen por lo menos dos componentes de diferentes puntos de fusión, el cual consiste en introducir de modo continuo un líquido de alimentación constituido por dicha mezcla en una zona alargada verticalmente, por un punto situado entre los extremos de la misma; hacer pasar continuamente una mezcla líquida hacia arriba por dicha zona; mantener, mediante intercambio indirecto de calor, el extremo superior de dicha zona a una temperatura por lo menos tan baja como la del punto de solidificación de los cristales de múltiples componentes y superior a la del punto de solidificación de toda la mezcla, de modo que se formen cristales de múltiples componentes; mantener, me--

276021



5  
10  
15

dante intercambio indirecto de calor, el extremo inferior de dicha zona a una temperatura un poco mayor que la del punto de fusión del componente de más alto punto de fusión de dicha mezcla; mover continuamente dichos cristales hacia abajo a través de dicha zona, a contracorriente de la mezcla que fluye hacia arriba, de modo que se eleve gradualmente la temperatura de dichos cristales y se fundan los componentes de puntos de fusión más bajos, purificándose de ese modo y fundiéndose finalmente por completo el componente del más alto punto de fusión; hacer pasar continuamente una porción del componente fundido, de más alto punto de fusión, hacia arriba, del extremo inferior de dicha zona, en forma de reflujo; y retirar de modo continuo un componente separado y purificado en forma líquida, de dicho extremo de alta temperatura y un líquido pobre en dicho componente de dicho extremo de baja temperatura.

20

5. El procedimiento a que se refiere la reivindicación 4, en el cual dicho material de alimentación se introduce a la temperatura a que se halla dicha zona en el punto de introducción.

25  
30

6. Un procedimiento continuo para la separación de paraxileno de una mezcla que comprende etilbenceno y orto-, meta- y paraxileno, que consiste en enfriar una mezcla líquida de dichos constituyentes, de manera que se produzcan cristales de múltiples componentes que contienen paraxileno suspendido en una mezcla líquida de dichos constituyentes; en una zona extensa de separación y purificación, en la que los extremos opuestos se mantienen, mediante intercambio indirecto de calor, a una temperatura superior a la del punto de fusión del paraxileno e inferior a la del

276021



punto de congelación de los cristales de múltiples compo-  
nentes, pero superior a la del punto de congelación de to-  
da la mezcla, respectivamente; hacer pasar continuamente  
la mezcla líquida al extremo de baja temperatura y hacer  
5 pasar dichos cristales al extremo de alta temperatura de  
dicha zona, de modo que aumente gradualmente la temperatu-  
ra de dichos cristales y se fundan los componentes de pun-  
to de fusión más bajo, y finalmente se fundan por comple-  
to dichos cristales de paraxileno; hacer pasar continua-  
10 mente una porción del paraxileno fundido hacia el extremo  
de baja temperatura de dicha zona en forma de reflujó en  
flujo, a contracorriente de dichos cristales; obtener con-  
tinuamente una corriente líquido de dicho paraxileno, de  
dicha zona de alta temperatura, como producto de proceso;  
15 introducir continuamente un líquido de alimentación que -  
consiste en una mezcla de dichos constituyentes por un pun-  
to situado entre los extremos de dicha zona, de modo que  
se proporcione una zona esencialmente de cristalización -  
entre dicho punto y el extremo de baja temperatura, y una  
20 zona esencialmente de purificación entre dicho punto y el  
extremo de alta temperatura de dicha zona; y retirar un -  
líquido pobre en paraxileno de dicho extremo de baja tem-  
peratura.

7. Un procedimiento continuo para la separación y -  
25 purificación de un sistema orgánico líquido, de múltiples  
componentes, del que se separan partículas sólidas, dis-  
cretas, que contienen por lo menos dos componentes de di-  
cho sistema con puntos de fusión diferentes, al bajarse -  
la temperatura, el cual consiste en introducir continua-  
30 mente dicho sistema líquido en una zona extensa de separa-

276021



5 ción y purificación, situada entre los extremos de la misma; mantener continuamente, mediante intercambio indirecto de calor, una sección de congelación en un extremo de dicha zona, a una temperatura inferior a la del punto de solidificación de dichas partículas discretas, pero superior a la del punto de solidificación de todo el sistema, de modo que se formen partículas discretas; mantener continuamente, mediante intercambio indirecto de calor, una sección de fusión en el otro extremo de dicha zona, a una  
10 temperatura ligeramente superior a la del punto de fusión del componente de dicho sistema que tiene el punto de fusión más alto; mover de manera continua y mecánicamente - las partículas así formadas, en dirección a dicha sección de fusión, a contracorriente del flujo del líquido, de modo que se aumente gradualmente la temperatura de dichas -  
15 partículas y disminuya allí la concentración de los componentes de punto de fusión más bajo, mediante fusión y reflujo, purificando así y fundiendo finalmente por completo el componente de punto de fusión más alto; hacer fluir  
20 continuamente los componentes líquidos en dicha zona en - dirección de dicha sección de congelación; hacer fluir -- continuamente una porción del componente del más alto punto de fusión de dicha sección de fusión hacia dicha sección de congelación en forma de reflujo; y retirar de modo  
25 continuo el componente líquido purificado, de punto de fusión más alto de fusión más alto de dicho sistema, de dicha sección de fusión, y un líquido pobre en dicho componente de dicha sección de congelación.

30 8. Un procedimiento continuo para la separación de un hidrocarburo, de una mezcla que contiene otros hidro-

276021



carburos de punto de fusión más bajo, y de la que se sepa  
ran, por enfriamiento, cristales de múltiples componentes  
que contienen dicho hidrocarburo, el cual consiste en in-  
troducir dicha mezcla en una zona extensa de separación,--  
5 por un punto situado entre los extremos de la misma; man-  
tener, mediante intercambio indirecto de calor, una sec-  
cion de fusión en un extremo de dicha zona, a una tempera-  
tura cercana a la del punto de fusión de dicho hidrocarbu-  
ro, y una sección de congelación en el otro extremo de la  
10 zona, a una temperatura inferior a la del punto de solidi-  
ficación de dichos cristales de múltiples componentes, pe-  
ro superior a la del punto de solidificación de toda la -  
mezcla, de modo que se formen los cristales referidos; ha-  
cer pasar, de manera continua y mecánicamente, dichos --  
15 cristales a través de dicha zona en dirección de dicha --  
sección de fusión, de modo que aumente gradualmente la --  
temperatura de dichos cristales, y quitar los otros hidro-  
carburos referidos mediante fusión y finalmente fundir por  
lo menos una porción de dicho hidrocarburo que tiene el -  
20 punto de fusión más alto; hacer fluir continuamente dicho  
hidrocarburo del más alto punto de fusión, de dicha sec-  
ción de fusión hacia dicha sección de congelación, en for-  
ma de reflujo; hacer fluir continuamente la fracción lí-  
quida de dicha mezcla de hidrocarburos hacia dicha sec-  
25 ción de congelación en flujo, a contracorriente de dichos  
cristales; y obtener continuamente dicho hidrocarburo de  
dicha sección de fusión, y una fracción de hidrocarburos  
pobre en dicho hidrocarburo, de dicha sección de congela-  
ción.

30 9. Un procedimiento continuo para la separación y -

276021



5 purificación de una mezcla orgánica binaria cuyos compo-  
nentes tienen diferentes puntos de fusión, de la cual se  
separan por enfriamiento partículas sólidas discretas que  
contienen los dos componentes, procedimiento que consiste  
10 en introducir dicha mezcla líquida a una temperatura de -  
inminente formación de sólidos en una zona horizontal ex-  
tensa de separación y purificación, situada entre los ex-  
tremos de la misma; mantener una sección de congelación -  
en un extremo de dicha zona a una temperatura inferior a  
15 la de formación de sólidos de dichas partículas, pero su-  
perior a la del punto de solidificación de toda la mezcla,  
extrayendo continuamente calor por intercambio indirecto  
de calor, de modo que se formen partículas discretas en -  
dicha sección de congelación; mantener una sección de fu-  
20 sión en el otro extremo de dicha zona a una temperatura -  
que se aproxima a la de fusión del componente de dicha --  
mezcla que tiene un punto de fusión más alto, mediante --  
continua aplicación de calor por intercambio indirecto de  
calor; hacer pasar poco a poco, mecánicamente, las partí-  
25 culas discretas formadas en dicha zona hacia dicha sección  
de fusión, y hacer pasar el líquido hacia dicha sección -  
de congelación, de modo que se funda el componente de di-  
chas partículas de punto de fusión más bajo y finalmente  
fundir por lo menos una porción de dicho componente de -  
30 punto de fusión más alto; hacer fluir continuamente una -  
porción de dicho componente de punto de fusión más alto -  
de dicha sección de fusión hacia dicha sección de congela-  
ción en forma de reflujo; retirar continuamente el compo-  
nente que tiene un punto de fusión más alto, como produc-  
to de dicha sección de fusión, y un líquido pobre en di-

276021



cho componente de punto de fusión más alto de dicha sección de congelación.

5 10. Un procedimiento continuo de separar un componente de una mezcla líquida de múltiples componentes, formando dicho componente cristales al enfriarse dicha mezcla, procedimiento que consiste en introducir dicha mezcla en un aparato de purificación, constando dicho aparato de una zona de alta temperatura y una zona de baja temperatura; mantener dicha zona de alta temperatura a una temperatura tan alta, por lo menos, como la que resulta suficiente para fundir dicho componente; mantener dicha zona de baja temperatura a una temperatura lo suficientemente baja para mantener una mezcla de líquido y cristales; hacer pasar los cristales a través de dicho aparato hacia dicha zona de alta temperatura, desplazando dichos cristales el líquido presente en la zona de alta temperatura y que fluye de dicha zona en dirección de dicha zona de baja temperatura a contracorriente de dichos cristales; retirar un líquido de dicho aparato de purificación a una temperatura más baja que la de dicha zona de alta temperatura, y retirar dicho componente de dicha zona de alta temperatura.

25 11. Un procedimiento para separar de una mezcla líquida de múltiples componentes, un componente puro que cristaliza en dicha mezcla, formando cristales que están contaminados por lo menos con otro de los componentes de dicha mezcla, en calidad de impureza, al enfriarse dicha mezcla, el cual consiste en introducir tal mezcla en un recipiente alargado que consta de una zona de alta temperatura y una zona de baja temperatura, mantener dicha zona de baja temperatura a una temperatura a la que dichos

30

276021



5 cristales se hallan presentes en dicha zona junto con lí-  
quido no cristalizado en dicha mezcla; hacer pasar crista-  
les por dicho recipiente, en dirección contraria a dicha  
zona de baja temperatura, hacia dicha zona de alta tempe-  
ratura, a contracorriente de una masa de líquido en movi-  
miento; mantener dicha zona de alta temperatura a una tem-  
peratura lo suficientemente alta para fundir dichos cris-  
tales; hacer pasar una porción de líquido resultante de -  
la fusión de cristales en dicha zona de alta temperatura  
10 por dicho recipiente, a contracorriente del paso de los -  
cristales por dicho recipiente, mediante la acción despla-  
zadora de dicho movimiento de cristales; retirar otra por-  
ción de dicho líquido de dicha zona de alta temperatura, -  
en calidad de producto, y retirar por lo menos otro pro-  
ducto de dicho recipiente en un punto distante de dicha -  
15 zona de alta temperatura.

12. Un procedimiento continuo para la separación de  
una mezcla líquida de múltiples componentes que contiene  
componentes de diferentes puntos de fusión, uno de los --  
20 cuales cristaliza primero al descender la temperatura de  
la mezcla, de modo que se forman cristales contaminados -  
por lo menos con otro componente, procedimiento que con-  
siste en enfriar dicha mezcla a una temperatura tal que -  
forma cristales del componente de punto de fusión más al-  
25 to, contaminados con otro componente, en un recipiente de  
purificación alargado que contiene dicha mezcla; mantener  
una zona de fusión de alta temperatura y una zona de baja  
temperatura; suministrar calor a los cristales y fundir--  
los en dicha zona de alta temperatura; mover dichos cris-  
tales en dicho recipiente hacia dicha zona de alta tempe-  
30



276021

ratura, de manera que entren en ella, con lo cual dichos  
 cristales desplazan el líquido resultante en dicha zona -  
 de alta temperatura y dicho líquido fluye a contracorrien-  
 te de dichos cristales, de modo que se purifique dicho com-  
 ponente de más alto punto de fusión, y retirar dicho com-  
 ponente de punto de fusión más alto, de dicha zona de al-  
 ta temperatura en calidad de producto del proceso.

13. Un procedimiento continuo para la separación de  
 una mezcla líquida, de múltiples componentes, que contie-  
 ne componentes de diferentes puntos de fusión, uno de los  
 cuales cristaliza primero al descender la temperatura de  
 la mezcla, de modo que forma cristales contaminados por -  
 lo menos con otro componente, procedimiento que consiste  
 en enfriar dicha mezcla a una temperatura tal que se for-  
 men cristales de dicho componente de alto punto de fusión;  
 mantener en un extremo de un aparato de purificación una  
 zona de alta temperatura, a una temperatura tan alta, por  
 lo menos, como la del punto de fusión de dicho componente  
 de alto punto de fusión; hacer pasar dichos cristales por  
 dicho elemento hacia dicha zona de alta temperatura, des-  
 plazando dichos cristales el líquido que se halla presen-  
 te en dicha zona de alta temperatura y que fluye de dicha  
 zona, a contracorriente de dichos cristales, y en contac-  
 to con los mismos; retirar de dicho aparato de purifica-  
 ción un primer líquido a una temperatura menor que la del  
 punto de fusión de dicho componente de alto punto de fu-  
 sión, y retirar un segundo líquido de dicha zona de alta  
 temperatura.

14. Un procedimiento para la separación, en una mez-  
 cla líquida, de un componente de la misma que se solidifi



276021

ca primero formando cristales al descender la temperatura de dicha mezcla, que consiste en enfriar dicha mezcla y formar una mezcla formada por cristales de dicho componente y líquido no solidificado; hacer mover dichos cristales por dicho líquido no solidificado, con lo que el movimiento de dichos cristales desplaza el líquido; fundir los cristales que se han movido así a través de dicho líquido; retirar una porción del líquido resultante de la fusión de dichos cristales, y desplazar mediante el movimiento de dichos cristales otra porción del líquido resultante de dicha fusión, de modo que el líquido fluye a contracorriente de dichos cristales y hacia el líquido no solidificado que se mencionó primeramente y junto con dicho líquido.

15           15. Un procedimiento continuo para la separación y purificación de una mezcla líquida de múltiples componentes, la cual contiene componentes de diferentes puntos de ebullición, uno de los cuales se solidifica primero al descender la temperatura de la mezcla, de modo que forme cristales del componente que se solidifica primero, contaminado por lo menos con otro componente, procedimiento que consiste en enfriar dicha mezcla de modo que forme cristales que contienen el componente que se solidificó primero, contaminado con un componente de punto de fusión más bajo, en un extremo de un aparato de purificación que contiene componentes líquidos de dicha mezcla; mantener una temperatura superior a la del punto de fusión de dicho primer componente solidificado; fundir dichos cristales en dicha zona de alta temperatura; mover dichos cristales en dicho aparato hacia la zona de alta temperatura

276021



5 y de modo que entren en dicha zona, desplazando así el líquido de dicha zona de alta temperatura por dicho recipiente, a contracorriente de dichos cristales, en contacto con los mismos, de modo que se purifique dicho componente de más alto punto de fusión, y retirar el componente que tiene el más alto punto de fusión, de dicha zona de alta temperatura.

10 16. Un procedimiento continuo para la separación de ciclohexano de una mezcla de hidrocarburos que lo contienen, el cual consiste en enfriar dicha mezcla de modo que se formen cristales de ciclohexano contaminados con otros hidrocarburos, en un aparato de purificación alargado que contiene componentes líquidos de dicha mezcla; mantener una zona de alta temperatura y una zona de baja temperatura; mantener en dicha zona de alta temperatura una temperatura tan alta, por lo menos, como la del punto de fusión del ciclohexano y mantener en dicha zona de baja temperatura una temperatura a la que cristaliza el ciclohexano en dicha mezcla de hidrocarburos; fundir los cristales de ciclohexano en dicha zona de alta temperatura; mover los cristales de ciclohexano en dicho aparato hacia dicha zona de alta temperatura, de modo que entren en dicha zona, con lo cual se desplaza el ciclohexano líquido resultante, a contracorriente de dichos cristales, a fin de purificarlos, y obtener dicho ciclohexano líquido de dicha zona de alta temperatura en calidad de producto del proceso.

30 17. Un procedimiento continuo para la separación de paraxileno de una mezcla que comprende por lo menos otro xileno, procedimiento que consiste en enfriar dicha mez--

276021



5 cla, de modo que se formen cristales de paraxileno conta-  
minados con otros componentes de dicha mezcla, en un apa-  
rato alargado de separación y purificación que contiene -  
componentes líquidos de dicha mezcla; mantener una zona -  
de alta temperatura y una zona de baja temperatura; mante-  
ner en dicha zona de alta temperatura una temperatura tan  
alta, por lo menos, como la del punto de fusión del para-  
xileno, y mantener en dicha zona de baja temperatura, una  
temperatura a la que se cristaliza el paraxileno en dicha  
10 mezcla; fundir los cristales de paraxileno en dicha zona  
de alta temperatura; mover los cristales de paraxileno en  
dicho aparato hacia la zona de alta temperatura, de modo  
que entren en dicha zona, con lo cual se desplaza el para-  
xileno líquido, a contracorriente de dichos cristales, a  
15 fin de purificarlos, y retirar paraxileno líquido de di-  
cha zona de alta temperatura en calidad de producto del -  
proceso.

20 18. Un procedimiento continuo para la separación de  
ciclohexano de una fracción de isohéptanos que contiene -  
ciclohexano.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede  
y para los fines que se han especificado.

Esta Memoria consta de cuarenta hojas escritas a má-  
quina por una sola cara.

Madrid, 16. III 1962

Alberto de Elizaburu  
Por Poder.

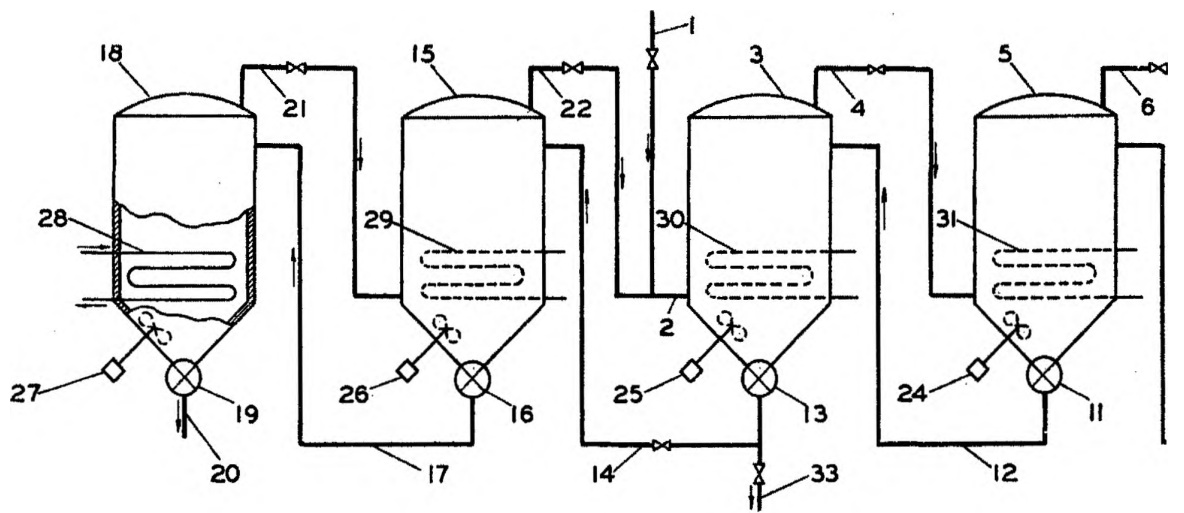


FIG. I

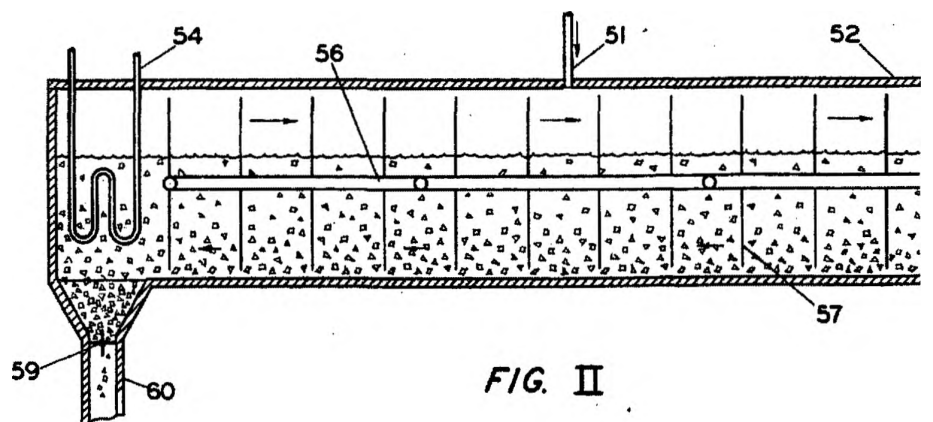


FIG. II

276021

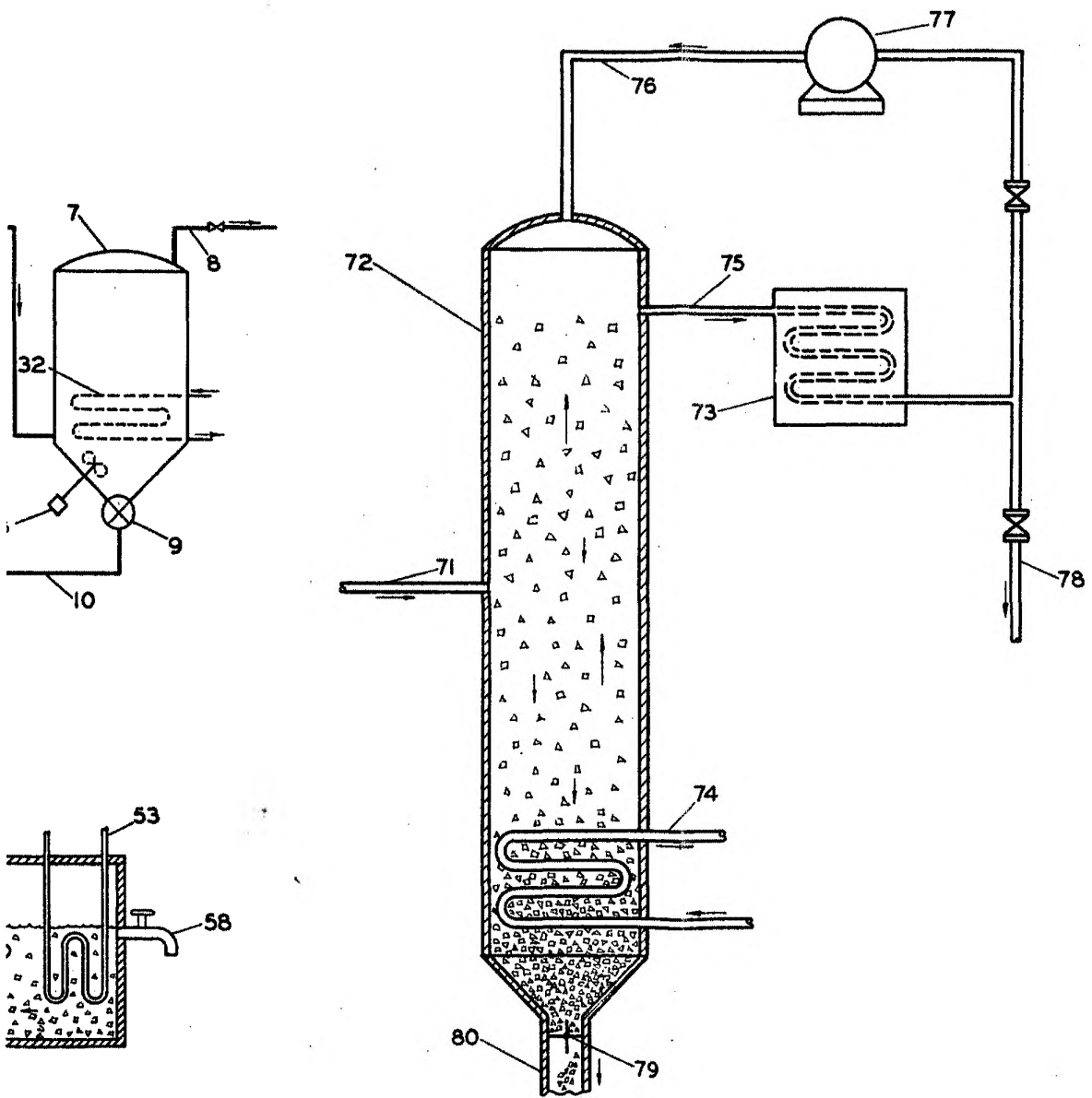


FIG. III

Albergo de Elzavara  
Por Boira