

306.649

P. 27.952

P 7416 Sp.



MEMORIA DESCRIPTIVA

que se presenta para unir a la solicitud

de

PATENTE DE INVENCION

formulada el 2 de Diciembre de 1964 con el nº 306.649

en

E S P A Ñ A

por VEINTE años

a nombre de SHELL INTERNATIONALE RESEARCH MAATSCHAPPIJ,
N.V., entidad holandesa, establecida en 30, Carel van
Bylandtlaan, La Haya, Holanda, por:

"UN PROCEDIMIENTO PARA LA RECUPERACION CONTINUA DE P-XILENO
A PARTIR DE MEZCLAS LIQUIDAS QUE CONTIENEN P-XILENO"

El invento se refiere a un procedimiento para la recuperación de p-xileno de alta pureza, a partir de una mezcla líquida de p-xileno y compuestos de más bajo punto de fusión.

5 De tales mezclas líquidas, se dispone ampliamente y pueden originarse de muchos manantiales. Por ejemplo, pueden producirse con grandes rendimientos, compuestos aromáticos tales como benceno, naftaleno, xilenos, y tolueno por deshidrogenación y ciclación de hidro



carburos alifáticos sencillos por reacción con yodo en presencia de un aceptor de yoduro de hidrógeno, por ejemplo un óxido o hidróxido de metal alcalino. Aunque la pureza de las corrientes de para-xileno, producidas de esta manera, por ejemplo a partir de isobutano, es corrientemente superior a la de los xilenos producidos por medios convencionales, contiene a menudo pequeñas cantidades de m-xileno u otros productos alquil-bencénicos, aún cuando pueden estar también presentes trazas de yoduros.

Es reconocida la necesidad comercial de p-xileno de alta pureza (esto es en exceso de 99% y preferiblemente por encima de 99,2%), principalmente porque este producto se usa como material de partida para la preparación de polímeros de politereftalato de etileno, utilizado como fibras sintéticas y películas. Otro uso del p-xileno, es en la producción de tereftalato de dimetilo, por oxidación a ácido tereftálico y esterificación con metanol, y el uso de p-xileno de más alta pureza como material de partida, da por resultado la producción de estos derivados en un estado mucho más puro. Además, incluso muy pequeñas cantidades de ciertas impurezas, pueden afectar a las cualidades del color de los polímeros, que se derivan de los xilenos, y en algunos casos pueden incluso trastornar los sistemas catalíticos usados para hacer los polímeros.

Se ha encontrado actualmente que la separación continua de p-xileno de mezclas multicomponentes, como se indicó antes, se efectúa ventajosamente por un programa de purificación especialmente seleccionado, que supone

306649



un número de pasos subsiguientes, uno de los cuales com
prende la puesta en contacto de cristales de p-xileno
con un líquido de lavado en contracorriente y flujo to-
roidal.

5 Así, según el presente invento, se crea un pro
cedimiento continuo para la recuperación de p-xileno a
partir de mezclas líquidas que contienen p-xileno, el
cual comprende (a) someter un líquido que contiene de 9
a 98% en peso de p-xileno en mezcla con compuestos que
10 tienen un punto de fusión por debajo de el del p-xileno
a una temperatura suficiente para formar una suspensión,
que comprende una fase cristalina consistente en p-xile
no y una fase líquida que comprende los restantes compo
nentes de alimentación y algo de p-xileno; (b) separación
15 de dicha suspensión en una porción líquida que no con-
tiene sustancialmente cristales y una porción cristalina
que comprende cristales y algo de líquido de contamina-
ción residual; (c) introducir dicha porción cristalina
en una zona de lavado; (d) introducir un líquido de la-
vado en dicha zona de lavado en contracorriente con res
pecto al flujo de dicha porción cristalina; (e) poner
intimamente en contacto dicha porción cristalina como
partículas separadas y distintas con dicho líquido de la
vado, en un tipo de flujo toroidal; y (f) recuperar un
25 líquido que comprende un líquido de lavado, y separada-
mente, un producto de p-xileno de alta pureza de dicha
zona de lavado.

 En el procedimiento, según el presente inven-
to, puede emplearse cualquier material de partida que
30 cumpla los requisitos antes mencionados, que incluyen



mezclas crudas de xileno, tal como nafta-disolvente
conteniendo xileno. En general, son muy apropiados ma-
teriales de alimentación, en los cuales el contenido
de p-xileno asciende a 19-98% en peso. Son preferidas
5 particularmente como materiales de alimentación una mez-
cla conteniendo hidrocarburos aromáticos producida a
partir de una operación de conversión por una unión por
deshidrogenación y ciclación o a partir de una operación
convencional de platforming.

10 En una realización preferida del presente in-
vento, se utiliza p-xileno fundido como líquido de la-
vado. Por ejemplo, se obtienen altos rendimientos de
p-xileno, teniendo una pureza por exceso de 99% en pe-
so, por ejemplo, 99,8 a 99,9% en peso, a partir de una
15 fracción de alimentación hidrocarbonada que comprende
p-xileno y por lo menos otro isómero de xileno, enfrián-
do la fracción en una zona de enfriamiento a una tempe-
ratura por debajo de aquella a la cual, los cristales
de p-xileno se forman durante un tiempo suficiente pa-
20 ra formar una suspensión que comprende una mezcla de una
fase cristalina sólida y una fase líquida, sacando al
menos parte de dicha fase líquida de la suspensión, ha-
cer pasar el resto de dicha suspensión que contiene al-
go de líquido contaminante residual de la alimentación
25 a la parte superior de una zona de lavado, en donde el
fundido se refluja en contracorriente a la dirección
descendente de flujo de dicha fase sólida en una serie,
de subzonas en donde el tipo de corriente de la suspen-
sión cristalina y del fundido refluído en cada una de
30 dichas subzonas, es toroidal, obteniéndose por la parte

306649



superior una corriente que comprende líquido de lavado y líquido contaminante, recicla dicha corriente de cabeza a dicha zona de enfriamiento, calentar la fase sólida lavada para formar un fundido líquido, reciclar
5 parte de dicho fundido líquido para servir como líquido de lavado y recuperar el resto de dicho fundido líquido como p-xileno de alta pureza.

Otra realización preferida del presente procedimiento utiliza la técnica descrita anteriormente excepto que, en vez de emplear fundido líquido (esto es,
10 producido por fusión de cristales del producto esencialmente puro) como reflujo, puede emplearse una sustancia extraña no presente normalmente en la alimentación, tal como un disolvente inerte en el lavado por retroceso
15 de los cristales en la zona de lavado. En esta realización puede seleccionarse el líquido de lavado de un gran número de sustancias, mientras se cumplan los siguientes requisitos: (1) que el líquido de lavado sea un líquido que tenga una densidad diferente del xileno,
20 en una cantidad de por lo menos 0,2 (gramos por mililitro) aproximadamente, y (2) que el líquido de lavado tenga una viscosidad baja, es decir, por debajo de 10 centipoises aproximadamente, y preferiblemente menos de un centipoise. Aunque muchas sustancias son apropiadas
25 para este fin, son deseables particularmente hidrocarburos de peso molecular bajo, tales como etano, propano, propeno, butano, pentano e isopentano, aunque pueden usarse apropiadamente otros disolventes como por ejemplo la acetona. También pueden emplearse mezclas de
30 los compuestos anteriores como líquido de lavado, mien-

306649



tras se cumplan por la mezcla las tres características esenciales descritas.

El empleo de un disolvente extraño, tiene la ventaja de poder ser seleccionado de suerte que tenga
5 una densidad y viscosidad más bajas que la del fundido y tener la posibilidad de incrementar la velocidad de sedimentación en la zona de lavado. Esta propiedad, por supuesto, da por resultado un tamaño reducido de equipo para la zona de lavado. Otra ventaja, es una reducción
10 en la carga de refrigeración, ya que el uso del disolvente evita la necesidad de fundir el reflujo de los cristales del producto. Finalmente, el uso de un disolvente seleccionado apropiadamente como líquido de lavado, dará por resultado substancialmente la eliminación
15 de un gradiente de temperatura en la operación de la zona de lavado. También el disolvente, puede usarse para efectuar el enfriamiento en la formación de los cristales por puesta en contacto del material de alimentación y evaporación del disolvente.

20 Por otra parte, cuando se emplea un disolvente extraño como líquido de lavado, es evidente que deben emplearse medios de separación adicional, corrientemente zonas de destilación fraccionada para recuperar el disolvente de la corriente del producto final y de la
25 corriente del refinado de la zona de lavado, de suerte que el disolvente puede entonces reciclarse al proceso y el producto, recuperarse en su grado deseado de pureza.

El empleo de un tipo de flujo toroidal, en la
30 zona de lavado, se cree alcanza un efecto de agitación

306649



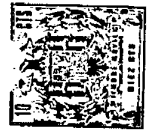
5 en el que se exalta el contacto de las partículas separadas. Este efecto es una razón del por qué se alcanzan económicamente tales purezas elevadas. Es esencial en esta técnica que las partículas cristalinas individuales, no sean intencionadamente densificadas ni se las deje aglomerarse, sino más bien mantenerlas separadas y distintas todo lo posible, de suerte que estén en contacto de la forma más eficiente con el líquido de lavado.

10 Los medios para comunicar el tipo de flujo toroidal en la importante fase de lavado del procedimiento, son preferiblemente un contactor de disco rotativo (RDC), como se describe en la memoria de la patente de los E.U.A. nº 2.601.674. Preferiblemente, la zona de contacto del disco rotativo comprende una columna cilíndrica que está compuesta de un número de compartimentos formados por una serie de anillos de estator, con un disco rotativo centrado en cada compartimento y soportado por un eje rotativo. La entrada del material de alimentación, está dispuesta preferiblemente de forma tangencial a la dirección de rotación del eje. La operación del rotor produce primero, una rotación de toda la masa de líquido y cristales, en la cual, la mezcla se lanza hacia las paredes del compartimento por la acción centrífuga de los discos del rotor.

25 Entonces, la dirección de flujo se invierte cerca de los discos del estator en la dirección del eje. La combinación de estos flujos rotativos, centrífugo y centrípeto, da por resultado un movimiento que se llama flujo toroidal. Por consiguiente, el flujo en contracorriente de la fase fundida líquida o reflujo de disolven

30

306649



te y la fase cristalina, se sobrepone en este movimiento toroidal; sin embargo, su efecto sobre el tipo de flujo en el compartimiento de contacto es pequeño. El movimiento toroidal se discute más ampliamente y se ilustra en los dibujos de la memoria de la patente antes mencionada, cuya descripción se incorpora a esta memoria para que forme parte de ella.

En la operación de la fase de lavado empleando un RDC, los cristales de p-xileno que contienen algo de aguas madres, se introducen por la parte superior de la zona de contacto de lavado y los cristales fluyen hacia abajo a través de unas series de subzonas en las que las superficies de los cristales que fluyen hacia abajo, que tienen oclusiones y sustancias adulterantes que pueden estar presentes en ellos, se eliminan por lavado al ponerlos en contacto con el líquido de lavado de flujo ascendente, el cual inicialmente contiene de 99 a 99,9% en peso de p-xileno líquido puro, cuando el fundido se utiliza para este fin. La retención de cristales en la zona de lavado, se mantendrá corrientemente entre 5 y 35% en volumen, preferiblemente entre 10 y 20% en volumen. La rotación del rotor hace que la suspensión se ponga íntimamente en contacto con el líquido de lavado, creando, con variaciones en la velocidad del rotor, un medio de controlar la extensión y el grado de lavado de los cristales descendentes.

El tipo de flujo resultante del líquido de lavado y la suspensión cristalina en la zona de lavado, es complejo, y se controla principalmente por la operación del rotor. Esto es, la velocidad de rotación del

306649



rotor es también importante en el sentido de que si la
velocidad es demasiado lenta, los cristales tienden a
aglomerarse sobre el estator y el rotor, mientras que si
la velocidad es demasiado rápida, los cristales se rom-
5 pen en partículas más pequeñas y finas las cuales son
muy perjudiciales en el sentido de que se reduce drásti-
camente el grado de sedimentación, produciéndose un mez-
clado axial demasiado grande, y resulta una eficiencia
reducida general.

10 Aunque el flujo de los sólidos es descendente
en el caso descrito porque los cristales son más pesados
que los líquidos, será evidente que esto es así a causa
de las densidades relativas de las fases sólida y líquida.
Sin embargo, es obvio que en algunos casos en que el
15 procedimiento presente pudiera aplicarse, el sólido flo-
ta. Entonces, la suspensión se alimenta por la parte in-
ferior de la zona de lavado y el líquido de lavado se
alimenta desde la parte superior hacia abajo.

El tamaño de partícula de los cristales debe
20 ser tan grande como sea posible. Las partículas peque-
ñas tienen proporcionalmente más área superficial, hacien-
do más difícil su lavado; también sedimentan más lenta-
mente de forma que la capacidad del equipo es baja. Pre-
feriblemente, el tamaño de partícula debe ser más grande
25 que 0,3 mm. de diámetro aproximadamente.

Las temperaturas y presiones empleadas pueden
variar entre amplios límites que dependen del sistema y
equilibrios de fases utilizados. Corrientemente, las fa-
ses (a) y (b) se llevan a cabo a una temperatura entre
30 0 y -90°C. Igualmente, la zona de lavado se trata en la



forma usual de modo que la parte donde se introduce la porción cristalina, corrientemente la superior, se mantiene entre 0 a 90°C, con la parte desde la cual se obtiene el producto de p-xileno, corrientemente la base, a 13°C aproximadamente. Las presiones pueden variar corrientemente desde 4,5 atmósferas absolutas, aunque pueden utilizarse en ciertos casos valores más altos y más bajos.

Una de las principales ventajas del procedimiento del actual invento, con su eficiente fase de lavado, es el hecho de que es posible obtener purezas muy grandes aunque se eliminen varias fases de cristalización y centrifugación, que acompañan normalmente a las operaciones comerciales de purificación por cristalización.

Los dibujos adjuntos ilustran una realización preferente del invento, en la cual se recupera el p-xileno de un material de alimentación de m- y p-xileno mezclados.

Con respecto al dibujo, se muestra un sistema que utiliza un refrigerador 3, un cristalizador 9 y un lavador 15. En esta realización, el refrigerador enfría el material de alimentación de xileno mezclado de forma que los cristales de p-xileno puro en suspensión con las aguas madres, se formarán en el cristalizador y los cristales presentes en la suspensión de cristales aguas madres que se forma en el cristalizador se lavan y luego funden en la zona de lavado. El material de alimentación de xileno mezclado, se introduce en el sistema por medio de la línea 1 y se introduce en el refrigerador 3, que es simplemente un cambiador de calor que tiene suminis-

306649



tro de frío por medio de la unidad de refrigeración 5. El material de alimentación enfriado, se convierte en una suspensión de cristales de p-xileno en aguas madres en el cristalizador 9 y un refinado líquido que contiene una mayor cantidad de m-xileno pero con algo de p-xileno, se extrae por la línea 11.

La fase de refinado líquido puede separarse directamente de una zona de sedimentación apropiada (en la cual los cristales se separan al sedimentar por gravedad) en el tanque de cristalización. La suspensión puede contener cualquier contenido líquido conveniente (producido de nuevo por simple sedimentación) cuyo exceso vuelve al refrigerador por la parte superior de la zona de lavado. Esta separación, por consiguiente, puede también conseguirse con un filtro, así como con un decantador convencional.

La suspensión cristalina se transporta por la línea 13, a la parte superior de la zona de lavado 15, en donde, después de un lavado en contracorriente de los cristales descendentes y fusión en la porción más baja por medio de calor introducido desde el serpentín de fusión 25, se extrae una corriente fundida que comprende el producto substancialmente puro por la línea 19. Una porción del producto puro se retorna por la línea 21 a la porción más baja de la zona de lavado en donde se usa como líquido de lavado para separar las impurezas superficiales y oclusiones de los cristales sedimentados. El resto del producto puro, se recupera del proceso por la línea 23. Se reconocerá, por supuesto, que el esquema es puramente representativo de un sistema de flujo esque

306649



mático preferido, y que los aparatos auxiliares empleados en este procedimiento pueden ser cualquier tipo convencional o conveniente conocido por los especialistas en la técnica. Por simplicidad, el esquema no muestra
5 todas las bombas, tanques, cambiadores de calor, válvulas, derivaciones, respiraderos, recalentadores, condensadores, refrigeradores y otro equipo auxiliar que pueda ser necesario para la idónea operación del procedimiento y cuya inclusión será evidente a los especialistas
10 en la técnica. Por ejemplo, será fácilmente aparente que el elemento de calefacción mostrado en la columna de lavado en el dibujo podría también estar localizado externamente, con respecto a la columna. Además, el tipo particular de cristalizador puede ser cualquier tipo convencional,
15 por ejemplo un tanque de agitación, o un tanque roscador de la superficie.

Aunque no se muestra en el esquema, el cristalizador debe tener preferiblemente un medio de clasificador los cristales, de forma que solamente los cristales
20 por encima de un tamaño deseado, se separen. Esto mantiene los "finos" o cristales de bajo tamaño fuera de la zona de lavado, lo cual es importante ya que su presencia tiende de otro modo a causar inundación. Otra forma de hacer ésto, es instalar un clasificador por decantación entre el cristalizador y la zona de lavado,
25 emplear incluso un recurso semejante en la zona de lavado misma.

Esencial, sin embargo, para la forma de operar del presente procedimiento es el empleo de una zona de
30 lavado que comprende medios apropiados para comunicar

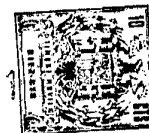
306649



el tipo de flujo toroidal al lavado de los cristales. Aunque ésto se consigue deseablemente por medio de un contactor de discos rotativos, pueden emplearse otras columnas que tienen un miembro o miembros rotativos con algún tipo de dispositivo de desvío que sea capaz de co-
municar el tipo particular de flujo toroidal. Aunque la relación de reflujo puede variar algo según el tamaño del cristal, velocidad de sedimentación, y tamaño de la zona de lavado, en general, se prefiere una relación re-
ciclo/extracción de por lo menos 0,7. En el caso de em-
plear partículas de p-xileno que tengan un diámetro de por lo menos 0,3 mm. aproximadamente, un reflujo de lavado para producir una relación en peso de 0,8 aproxima-
damente, conduce a grandes rendimientos de p-xileno que
tiene una pureza de 99,9% en peso.

EJEMPLO I

Un material de alimentación de xileno mezclado a una temperatura de 38°C y a la presión atmosférica, producido por deshidrogenación con yodo y copulación de isobutano y que comprende 95% en peso de p-xileno y 5% en peso de m-xileno, se bombeó con un gasto de 633 kg/h a un refrigerador mantenido a -21°C para refrigerar el material de alimentación a -12°C. El material de alimentación enfriado se pasó entonces a un cristalizador de una fase, en donde se formó una suspensión que contenía 50% en peso aproximadamente de cristales en las aguas madres. Aproximadamente 65,4 kg/h de refinado líquido conteniendo 48,7% en peso aproximadamente de m-xileno,



se separaron de la suspensión formada en el cristali-
zador. La suspensión de 50% en peso se introdujo en la
parte superior de un RDC que tenía un serpentín de ca-
lefacción localizada en la parte inferior de él, en don
5 de los cristales de flujo descendente se pusieron en con-
tacto en contracorriente con una corriente ascendente
del líquido de lavado que separó las aguas madres y las
impurezas ocluidas de los cristales. Aproximadamente
1.986 kg/h de un líquido de cabeza que contenía 70,3%
10 en peso aproximadamente de p-xileno a una temperatura de
-1°C, se reciclaron desde la parte superior de la FDC a
la mezcla de material de alimentación inicial para la in-
troducción en el cristalizador. Cerca de la parte infe-
rior de la columna, el serpentín de calefacción interna,
15 fundió los cristales lavados y fueron retirados 568 kg/h
de producto líquido que comprende 99,5% en peso de p-xi-
leno a una temperatura de 13°C.

EJEMPLO II

20

Una corriente de material de alimentación que
comprendía 83% en peso de p-xileno y 17% en peso de m-xi-
leno, se pasó a un refrigerador de superficie rascada en
donde la corriente se enfrió a una temperatura de forma
25 que se produjo una formación cristalina inicial. Del re-
frigerador, la suspensión cristal-aguas madres se pasó
a un tanque agitador y de crecimiento del cristal, en
donde se la retuvo durante un tiempo suficiente para pro-
ducir una suspensión que tenía un 50% en peso aproxima-
30 damente de contenido de cristal, en la cual el promedio

306649



del tamaño del cristal era de 0,3 a 0,4 mm. de diámetro. La suspensión que contenía la mayor parte de los cristales, después de separar primeramente una parte substancial de las aguas madres con un separador convencional, se alimentó a un RDC que tenía un diámetro de 5 cm. y una longitud de 3 m. a un caudal de alimentación de 210 ml/minuto. Los cristales descendentes se lavaron en contracorriente en el RDC por una corriente ascendente de lavado fundido que contenía inicialmente 99,9% en peso de p-xileno puro con una relación en peso de reflujo del lavado fundido a cristales de 0,65:1. El p-xileno fundido se recuperó como el producto del proceso después de pasar el fundidor, situado en la parte inferior de la columna a una velocidad de 35 ml/minuto y tenía una pureza de producto de 99,9% en peso de p-xileno.

EJEMPLO III

Se recuperó p-xileno de una mezcla de 95% en peso de p- y 5% en peso de m-xileno y se purificó a 99,5% en peso de pureza produciéndose al mismo tiempo un refinado que contenía 50% en peso de p-xileno. El total recuperado de p-xileno en el producto fué mayor de 95%. La pureza del producto se obtuvo por lavado en contracorriente de los cristales de p-xileno en un RDC que trabajaba en el intervalo de temperaturas desde 13°C en la parte inferior a 4°C en la superior. Los cristales sedimentaron a través de la columna de lavado, y después de

306649



fundidos, se retiró como producto por la parte inferior
58% en peso del flujo de cristal. Los cristales fundi-
dos remanentes se devolvieron a la columna de lavado co-
mo líquido de lavado. La mezcla de material de alimenta-
5 ción de 95% en peso de p-xileno, teniendo una temperatu-
ra de 11°C, se introdujo a una velocidad de 45,5 kg/ mi-
nuto en el RDC y sirvió como un líquido de lavado secun-
dario. Desde la parte superior de la columna de lavado,
se retiró un líquido conteniendo 78,8% en peso de p-xile-
10 no a una velocidad de 106 kg/minuto y se envió a un apa-
rato de cristalización en donde la cristalización a -12,5
°C produjo una suspensión cristal-aguas madres. Las aguas
madres contenían 50% en peso de p-xileno. La suspensión
así obtenida, como una mezcla de 60% en peso de cristal-
15 40% en peso de aguas madres, se envió a la parte supe-
rior del RDC a una velocidad de 102 kg/ minuto, mientras
que el material de alimentación cristalino se envió al
proceso de lavado. Se trasegó también una corriente de
aguas madres desde el aparato de cristalización como re-
20 finado del proceso, a una velocidad de 4 kg/minuto.

EJEMPLO IV

Una mezcla obtenida por fraccionamiento apro-
25 piado de un producto de platformado y conteniendo 18%
en peso de p-xileno, se enfrió a -75°C a una velocidad
de 45,5 kg/ minuto. La suspensión cristalina así obteni-
da, se envió a la parte superior de un RDC que trabajaba
esencialmente de forma isotérmica a -75°C, en donde los
30 cristales sedimentaban en contracorriente a través de un

306649



líquido de lavado. El líquido de lavado empleado fué isopentano. Desde la parte inferior del RDC, se retiró una suspensión cristalina a la velocidad de 8,6 kg/minuto, que contenía aproximadamente 69% en peso de p-xi
5 leno como cristales o en solución en isopentano. Esta suspensión se calentó y fraccionó por destilación convencional en isopentano y un producto de xileno que contenía 99,5% en peso de p-xileno. Desde la parte superior del RDC, se retiró una mezcla de refinado-isopentano a
10 la velocidad de 42 kg/minuto fraccionándose también por destilación convencional en isopentano y un refinado que contenía aproximadamente 5,7 en peso de p-xileno. Las fracciones de isopentano de las dos destilaciones se unieron, enfriaron a -75°C y se retornaron a la parte
15 inferior del RDC a la velocidad de 5,4 kg/minuto como líquido de lavado, en parte como líquido de transporte para los cristales que abandonan la parte inferior del RDC.

20 EJEMPLO V

Se empleó un material de alimentación que comprendía una mezcla de aromáticos obtenida de un platfor
mado, y que contenía aproximadamente 18% en peso de p-xi
25 leno, 16% en peso de o-xileno, 43% en peso de m-xileno y 23% en peso de etilbenceno. Una primera fase de cristalización convencional seguida por una fase de centrifugación o filtración, produjo una mezcla que tenía apro
ximadamente 70% en peso de p-xileno, la cual fué el pro
30 ducto de alimentación para una fase final que comprendía

306649



lavar en un RDC operando en un intervalo de temperatura de -10°C aproximadamente en la parte superior y 13°C aproximadamente en la inferior. Esta fase de lavado, produjo un producto de cola que contenía 99,9% en peso de p-xileno y un refinado de cabeza que contenía 50% en peso de p-xileno. La relación de reflujo para el producto de p-xileno puro recuperado, fué aproximadamente de 0,8. El refinado de cabeza se recicló al primer paso de la fase para la recuperación posterior del p-xileno. La importancia de la relación de reflujo para obtener la pureza del producto puede ilustrarse por los siguientes datos.

TABLA I

15

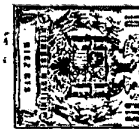
<u>Experiencia nº</u>	<u>1</u>	<u>2</u>	<u>3</u>
Producto de p-xileno separado, g/minuto	43	43	56
Relación reflujo/separado	0,82	0,79	0,58
Pureza del p-xileno, % en peso	99,9	99,8	98,8

25

La presente solicitud, que corresponde a la presentada en Estados Unidos de América, el 4 de Diciembre de 1963, bajo el número 327.885, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

30

306649

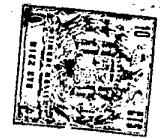


N O T A

Los puntos de invención propia y nueva, que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

- 5 1.- Un procedimiento para la recuperación continua de p-xileno a partir de mezclas líquidas que contienen p-xileno, que comprende (a) someter un líquido que contiene de 9 a 98% en peso de p-xileno en mezcla con compuestos que tienen un punto de fusión por de
10 bajo del del p-xileno a una temperatura suficiente para formar una suspensión que comprende una fase cristalina que consta de p-xileno y una fase líquida que comprende los componentes del material de alimentación remanentes y algo de p-xileno; (b) separar dicha suspensión en una
15 porción líquida que no contiene cristales substancialmente y una porción cristalina que comprende cristales y algo de líquido de contaminación residual; (c) introducir dicha porción cristalina en una zona de lavado;
 (d) introducir un líquido de lavado en dicha zona de la
20 vado en contracorriente respecto al flujo de dicha porción cristalina; (e) poner en contacto íntimamente dicha porción cristalina como partículas separadas y dis
 tintas con dicho líquido de lavado de un tipo de flujo toroidal; y (f) recuperar un líquido que comprende el
25 líquido de lavado y separadamente, un producto de p-xi

306649



leno de gran pureza de dicha zona de lavado.

2.- Un procedimiento como se reivindicó en la reivindicación 1, en el cual se usa p-xileno fundido como líquido de lavado.

5 3.- Un procedimiento como se reivindicó en la reivindicación 1, en el cual se usa un líquido de lavado que tiene una densidad diferente del p-xileno de en 0,2 por lo menos y una viscosidad inferior a 10 centipoises.

10 4.- Un procedimiento como se reivindicó en la reivindicación 3, en el cual se usa un alcano o alqueno de C₂-C₅.

5.- Un procedimiento como se reivindicó en la reivindicación 4, en el cual se usa isopentano.

15 6.- Un procedimiento como se reivindicó en una cualquiera de las reivindicaciones 1-5, en el cual una parte de la corriente de producto de alta pureza, retirada desde la zona de lavado se recicla a la zona de lavado.

20 7.- Un procedimiento como se reivindicó en la reivindicación 6, en el cual se utiliza una relación reciclo/retirada de por lo menos 0,7.

25 8.- Un procedimiento como se reivindicó en cualquiera de las reivindicaciones 1-7, en el cual se usa un contactor de disco rotativo en la fase (e).

9.- Un procedimiento como se reivindicó en cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el cual una fracción de platformado se utiliza como material de partida.

30 10.- Un procedimiento como se reivindicó en

306649



cualquiera de las reivindicaciones 1-8, en el cual se usa como material de partida una mezcla producida por unión por deshidrogenación y ciclación de hidrocarburos alifáticos.

5 11.- Un procedimiento para la preparación de p-xileno de gran pureza por un procedimiento como se reivindicó en cualquiera de las reivindicaciones 1-11.

10 12.- Un procedimiento para la recuperación continua de p-xileno a partir de mezclas líquidas que contienen p-xileno.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en el dibujo que se acompaña y para los fines que se han especificado.

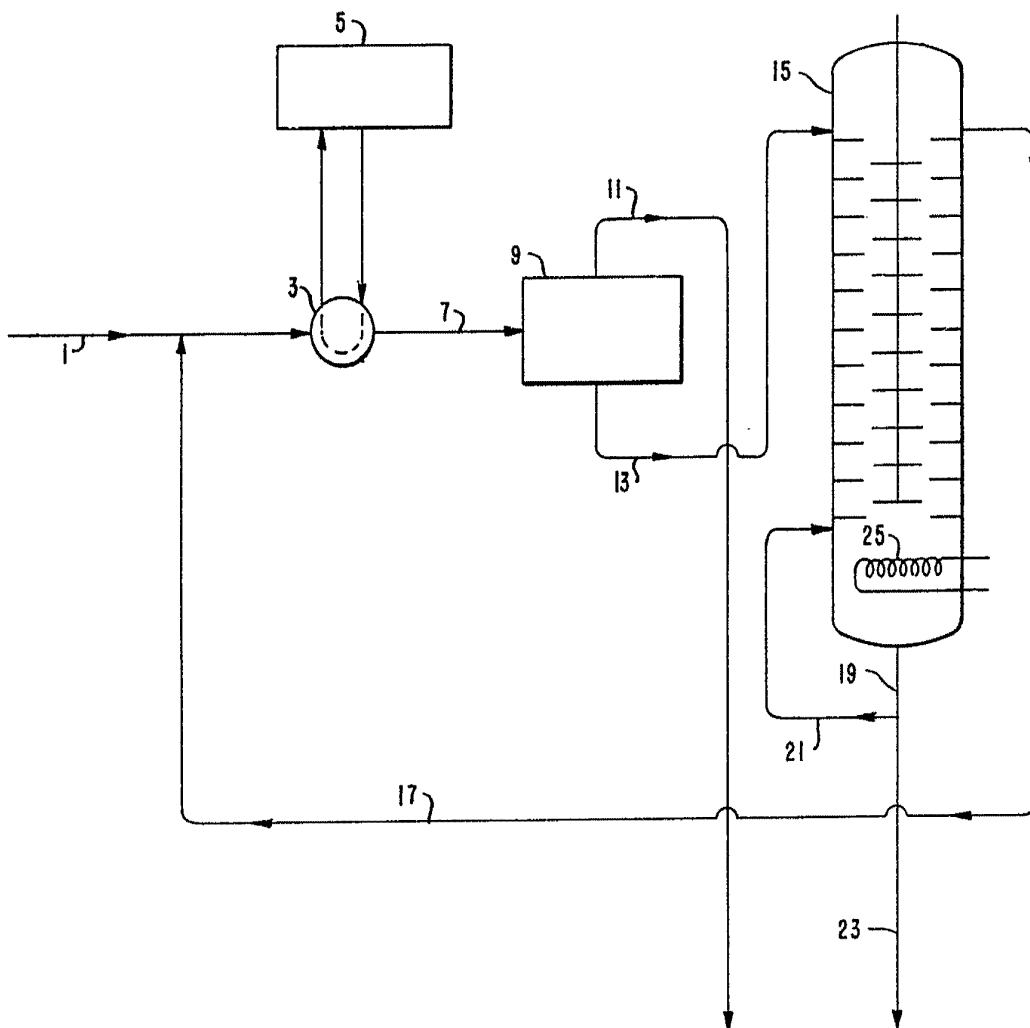
15 Esta Memoria consta de veintiún hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 15 DIC 1914

P.A.

Atento del
P.A.

306649



Handwritten signature and text, possibly indicating the inventor or a technical note.