



345256

P A T E N T E D E I N V E N C I O N

por VEINTE AÑOS

a favor de la compañía mercantil francesa " ANTAR, PETROLES
DE L'ATLANTIQUE ", domiciliada en 4, rue León-Jost, Paris 17e,
Francia, p o r :

" PROCEDIMIENTO DE PURIFICACIÓN DEL PARAXILENO "

M E M O R I A D E S C R I P T I V A

1 La presente invención hace referencia a un procedimiento
de purificación del paraxileno, y mas concretamente del paraxi-
leno en estado de cristales.

5 La invención tiene como fin un procedimiento que permita
obtener industrialmente un paraxileno de pureza muy elevada, pró-
xima a 99, y normalmente de 99'5 %. Una pureza de este tipo re-
sulta particularmente interesante en vistas a ciertos procedimien-
tos de fabricación de fibras poliesteres.

10 El procedimiento objeto de la invención es muy simple y
muy poco oneroso. Tal procedimiento puede además ser llevado a



345256

la práctica utilizando los materiales e instalaciones corrientemente empleados para la fabricación de paraxileno.

El procedimiento de purificación del paraxileno que es objeto de la invención, consiste en cristalizar el paraxileno,
5 en separar los cristales brutos de las aguas madres, en eliminar la delgada capa superficial exterior de estos cristales, que comporta xilenos líquidos, y en aislar los cristales purificados en la expresada forma.

Se puede eliminar la capa superficial de los cristales
10 brutos por lavado con una salmuera acuosa a temperatura comprendida entre -10 y $+ 20^{\circ}$ C aproximadamente, procediendo después al enjuague de los cristales purificados. Es posible utilizar ventajosamente una salmuera acuosa que comprenda aproximadamente un 30% de cloruro de calcio y utilizar una cantidad de salmuera que represente aproximadamente entre 0'1 y 0'3 veces el
15 peso de los cristales.

En caso de que para realizar la cristalización del paraxileno se utilice el procedimiento que consiste en mezclar el paraxileno líquido con una salmuera fría, es posible utilizar
20 para el lavado de los cristales brutos de acuerdo con la invención, esta misma salmuera después de su decantación a la salida del enjuague de los cristales brutos.

Para la puesta en práctica del procedimiento objeto de la invención, pueden utilizarse cualquier tipo de medios conocidos
25 para la eliminación de la capa superficial de cristales brutos, especialmente el procedimiento de barrido con una corriente de gas inerte de temperatura y fuerza apropiadas.

El procedimiento objeto de la invención resulta de esta forma mucho más simple que los procedimientos clásicos utilizados hasta el momento, en los que se acude a recristalizaciones
30 sucesivas o a fusiones parciales de los cristales.

345256



El procedimiento objeto de la invención presenta igualmente la ventaja de una ausencia casi total de pérdidas, representando un rendimiento sumamente elevado.

5 El ejemplo que se incliye a continuación, aporta algunas indicaciones prácticas sobre una forma particular de puesta en práctica del procedimiento que se preconiza.

Se utilizan como materia prima cristales de paraxileno con una pureza comprendida entre 95 y 98'5 %.

10 Se lavan estos cristales con una salmuera de cloruro de calcio con una relación salmuera-cristales de 0'10 a 0'30.

15 Las impurezas de los cristales se hallan principalmente agrupadas en una capa delgada que recubre los mismos. Estas impurezas se hallan principalmente constituidas por tolueno, etil benceno, metaxileno, ortoxileno, y, en ocasiones, sustancias aromáticas en C 9. En las condiciones en que se opera, las impurezas se hallan en estado líquido y su eliminación se efectúa en forma puramente mecánica, lo que se deduce de los resultados obtenidos con salmueras más o menos calientes, siendo el producto obtenido tanto más puro cuanto mayor sea la temperatura
20 de la salmuera o también cuanto mayor sea la violencia con que la misma se proyecte sobre los cristales, para una misma cantidad de salmuera utilizada.

Se opera la purificación de los cristales por pulverización de la salmuera sobre los cristales ya enjuagados en filtros o
25 enjuagadores equipados con un dispositivo de proyección de tipo clásico.

Para una primera serie de ensayos, se utilizan cristales de paraxileno con el 95% de pureza. Se tratan estos cristales en una enjuagadora en ciclos de fabricación de 100 segundos, cuyas fases se hallan repartidas de la siguiente forma:
30

alimentación

15 segundos



345256

- enjuague 20 segundos
- lavado con la salmuera 10 segundos
- enjuague final 45 segundos
- descarga 5 segundos
- 5 aclarado 5 segundos

En cada ciclo se tratan 15 Kg. de paraxileno bruto.

10 Cuando se efectúa el lavado de cristales del 95% de pureza con salmuera a 0° C. se obtiene paraxileno con un 98'30 % de pureza. Con salmuera a + 10° C la pureza alcanza el 98'60 % y a + 20° C, 99'0 %.

15 Se obtienen resultados análogos en una segunda serie de ensayos con paraxilenos del 98'50% de pureza. Después de lavado con salmuera a 0° C, la pureza se eleva a 98'66%. La pureza alcanza el 99% con salmuera a + 10° C y el 99'5 % con salmuera a + 20° C.

20 Prácticamente, con el procedimiento objeto de la invención se pueden purificar paraxilenos de pureza comprendida entre un 70 y un 99%, cuyo lavado con una salmuera acuosa que comprenda entre un 10 y un 40 % de cloruro de calcio, permite alcanzar purezas entre 99 y 100%.

Conviene remarcar que el producto final obtenido no contiene cloruros.

25 Después del lavado de los cristales, se deja descansar la salmuera en recipientes de decantación antes de utilizarla de nuevo, al tiempo que se eliminan las impurezas decantadas.

30 Bien entendido, la invención no queda en absoluto limitada al ejemplo descrito, sino que es susceptible de numerosas variaciones, accesibles al técnico, de acuerdo con las aplicaciones previstas y sin que ello signifique apartarse del espíritu del invento.

345256



N O T A

SE REIVINDICA:

1 - Procedimiento de purificación del paraxileno, que consiste en cristalizar el dicho paraxileno, en separar los cristales brutos de las aguas madres, en eliminar la delgada capa superficial exterior de los expresados cristales, que comporta xilenos líquidos, y en aislar los referidos cristales purificados.

2 - Procedimiento, según la reivindicación primera, de acuerdo con el cual la capa superficial de los cristales brutos se elimina por lavado con una salmuera acuosa de temperatura comprendida entre -10°C y $+20^{\circ}\text{C}$, procediendo a continuación al enjuague de los cristales purificados.

3 - Procedimiento, según la reivindicación precedente, de acuerdo con el cual se utiliza una salmuera acuosa que comprende entre un 10 y un 40%, y especialmente un 30%, de cloruro de calcio.

4 - Procedimiento, según las reivindicaciones segunda o tercera, de acuerdo con el cual, para el lavado de los cristales brutos se utiliza una salmuera que representa entre 0'1 y 0'3 veces el peso de los cristales.

5 - Procedimiento, según las reivindicaciones segunda, tercera o cuarta, de acuerdo con el cual se cristaliza el paraxileno por mezcla del paraxileno líquido con una salmuera fría, se separan los cristales brutos de la expresada salmuera, se decanta esta salmuera y se la utiliza para lavar los referidos cristales brutos.

6 - Procedimiento, según la reivindicación primera, de acuerdo con el cual la capa superficial de los cristales brutos se elimina por barrido con una corriente de gas inerte.

7 - Procedimiento de purificación del paraxileno.

345256



Consta la presente Memoria Descrip-
tiva de seis hojas mecanografiadas, escri-
tas por una sola cara, numeradas del 1 al
6 con sus líneas numeradas, a su vez, de
cinco en cinco.

Barcelona, 5 SET 1907
P.A.