

P.- 40.163

67/474 f

361938

Memoria descriptiva



29 28 DIC. 1967

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de FRIED. KRUPP GESELLSCHAFT MIT BESCHRANKTER
HAFTUNG

entidad / nacionalidad alemana

SECCION TECNICA

ASOCIACION I. P. C.

CLASE C-07

SUBCLASE C

con domicilio en Altendorfer Strasse 103, Essen, República
Federal Alemana

por: "PROCEDIMIENTO PARA OBTENER PARA-XILENO PURO"
(Clase Internacional 007c)



El presente invento se refiere a un procedimiento para la obtención de para-xileno de gran pureza por cristalización de para-xileno a partir de mezclas de compuestos aromáticos C_8 por encima del punto eutéctico, y por subsiguiente filtración.

Es conocido obtener para-xileno a partir de mezclas de compuestos aromáticos C_8 isómeros. En general, se cristaliza el para-xileno a temperaturas de -60 a $-80^{\circ}C$ a partir de una mezcla de compuestos aromáticos C_8 isómeros, que contiene 17 a 23% de para-xileno, y se separan las aguas madres por filtración o por centrifugación. El producto cristalizado que resulta en este caso muestra, después de fundir un contenido de paraxileno de 70 a 85%.

El hecho de lograr mayores grados de pureza plantea grandes dificultades.

Por ejemplo, se puede lograr una mayor pureza por recristalización en varias etapas o por lavado en varias etapas con una solución de para-xileno, que es más concentrada que lo que corresponde a la composición media. Además, es usual extraer a presión el para-xileno en prensas de tornillo sin fin, o lavarlo con hidrocarburos de bajo punto de ebullición. Todos estos procedimientos exigen sin embargo, un alto lujo de inversión, ya que utilizan varias instalaciones iguales, tal como los procedimientos de varias etapas, o como en el caso de utilizar columnas pulsatorias o intermitentes, utilizan aparatos costosos. Al lavar el producto cristalizado de para-xileno con hidrocarburos de bajo punto de ebullición, se disuelve una parte del para-xileno en el agente de lavado y debe ser recuperado desde éste. Además, se necesitan etapas adicionales



2

les de procedimiento para separar del para-xileno purificado las sustancias utilizadas para el lavado. Mientras -
que hasta ahora se ha partido la mayor parte de las veces de la suposición de que para lograr mayores grados de pureza se deben eliminar en primer lugar las aguas madres adheridas a los cristales de para-xileno y purificar a continuación los cristales impurificados por recristalización, se ha encontrado ahora sorprendentemente de acuerdo con el invento que se pueden obtener grados de pureza superiores a 99,5% en solamente una etapa, si se cristaliza a muy baja temperatura de manera conocida para-xileno desde mezclas de compuestos aromáticos C_8 , que también pueden contener impurezas de otros hidrocarburos, por ejemplo porciones C_9 , y a continuación se separan las aguas madres en un filtro impulsado a través de la torta de filtración - un medio inerte, que expulsa las aguas madres desde la - torta de filtración, sin que los cristales de paraxileno deban de ser fundidos o disueltos. De esto se puede desprender que en la cristalización de para-xileno a partir de mezclas de compuestos aromáticos C_8 , resultan cristales a base de para-xileno puro si se trabaja por encima del punto eutéctico. Las impurezas que todavía se encuentran después de separar las aguas madres según los procedimientos hasta ahora conocidos, están contenidas en la película líquida no eliminada que se encuentra sobre la superficie de los cristales.

Aplicando el procedimiento de acuerdo con el invento, es posible eliminar casi totalmente esta película de líquido. En este caso, son importantes para el grado de pureza del para-xileno producido diferentes parámetros



28

que se influyen mutuamente, por ejemplo el tiempo de permanencia de la torta de filtración en la corriente del medio que es impulsado a través de la torta de filtración. Además, el grado de pureza del para-xileno depende de la densidad aparente de la torta de filtración y de la cantidad de calor transmitido a la torta de filtración, y finalmente es importante el caudal del medio inerte gaseoso o en forma de vapor o también líquido, que es impulsado a través de la torta de filtración.

5
10
15
Con una prolongación del tiempo de permanencia se pueden lograr mayores grados de pureza. Sin embargo, en la práctica, para un espesor de capa constante y para un caudal determinado de medio inerte, solo se llega a aproximarse a un valor máximo de forma sintética. Este valor máximo es por ejemplo de aproximadamente 90% cuando se trabaja con cargas de aire de aproximadamente $140 \text{ m}^3/\text{m}^2$ de superficie de filtración y hora.

20
25
30
Se logran grados de pureza todavía mayores cuando se utiliza el presente invento si se eleva la densidad aparente de la torta de filtración a valores de más de $0,5 \text{ g/cm}^3$ -lo que puede realizarse por ejemplo por laminación y, de esta manera, bajo condiciones por lo demás invariables, se eleva la velocidad de l medio inerte en la torta y se cuida con ello simultaneamente de una uniforme distribución de la corriente. De este modo se puede lograr un grado de pureza superior a 99,5% ya con un caudal relativamente pequeño de medio inerte de $20 \text{ m}^3/\text{m}^2$ de superficie de filtración y hora, con 25 minutos de tiempo de permanencia. Mediante una elevación del caudal de medio inerte se puede acortar por lo demás, con condiciones por lo



demás iguales, el tiempo de permanencia necesario.

5 También la transmisión de calor sobre la película superficial y sobre los cristales, por ejemplo por elevación de la temperatura del medio inerte, actúa favoreciendo el grado de pureza y/o acortando el tiempo de permanencia o reduciendo el caudal necesario de medio inerte. Es ventajoso transmitir el calor de lo más rápidamente posible, es decir con alta diferencia de temperatura. En efecto, la película impurificada debe ser calentada en el

10 plazo más corto posible con el fin de disminuir las tensiones superficiales. Sin embargo, la temperatura de la superficie de los cristales no debe alcanzar el punto de fusión del para-xileno, con el fin de evitar pérdidas por fusión.

15 La cantidad máxima de calor que ha de ser aportada está dada por la magnitud de las pérdidas por fusión admisibles, que cuando se aplica el procedimiento según el invento, son menores de 5% del para-xileno puro y pueden ser reducidas a deseo según las condiciones escogidas. Caso de que una parte del para-xileno puro se funda en la

20 capa superior, de la torta de filtración, se eleva con esto también la eficacia del procedimiento de acuerdo con el invento.

25 El procedimiento de acuerdo con el invento puede realizarse tanto de forma discontinua como de forma continua y es aplicable también para muy grandes capacidades de trabajo. Para la realización del procedimiento son apropiados los aparatos usuales para las filtraciones, en los que es posible hacer pasar medios inertes a través

30 de la torta de filtración, tales como filtros con succión, filtros de tambor de celdas, filtros de banda transporta-



28

dora. etc. Medios inertes en el sentido del invento son en este caso gases y vapores que no reaccionan con el para-xileno, o líquidos que no reaccionan con el para-xileno ni lo disuelven en cantidad digna de mención. Por ejemplo

5 se consideran como medios inertes aire, nitrógeno, agua, soluciones acuosas de sustancias inorgánicas y orgánicas, tales como sal común, cloruro de calcio, metanol. Existe en este caso la posibilidad de utilizar tanto uno de los medios citados como también varios de ellos simultáneamente o de forma sucesiva.

10

Aplicando el procedimiento de acuerdo con el invento se puede lograr, en un procedimiento de una única etapa, para-xileno muy puro. Ya no es necesaria una recristalización, fusión parcial o lavado. De esta manera,

15 no sólo se alcanzan las ventajas de costes de inversión más pequeños y la evitación de grupos de aparatos adicionales, sino también las ventajas de un consumo de energía esencialmente más pequeño.

El procedimiento de acuerdo con el presente invento se explicará en los siguientes ejemplos:

20

Ejemplo 1.- En calidad de material de partida para su ensayo se utilizó un producto cristalizado de para-xileno con un contenido de 85% de para-xileno. Su temperatura era de -40°C. 300 gramos del producto cristalizado fueron llevados sobre un filtro de vidrio con succión enfriado hasta la temperatura de los cristales, y fue filtrado con succión a través del filtro haciendo pasar una corriente de aire a una temperatura de 20°C y en una cantidad de 20 m³ en condiciones normales por m² de superficie de filtración y por hora. Después de determinados

25

30

periodos de tiempo se tomaron muestras de la torta y fueron analizadas. Durante en ensayo se comprimió y se igualó regularmente la torta de filtración. Las aguas madres retiradas fueron medidas simultáneamente. En este caso resultaron los valores que se pueden observar en la figura aneja. Se alcanzo después de 24 minutos, para una cantidad de agua madre filtrada de 16% en peso, referida a la cantidad de partida, un grado de pureza de los cristales después de la fusión para el análisis de 99,5% de para-xileno; el grado de pureza final fue de 99,8% en peso.

Ejemplo 2.- En ensayo descrito en el Ejemplo 1 se realizó con la misma carga de aire. Sin embargo, el aire fue calentado a 60°C antes del paso a través de la torta de filtración. El grado de pureza final después de la fusión de los cristales fue de 99,89% de para-xileno. Ya después de 6 minutos se había alcanzado un grado de pureza de 99,5% de para-xileno con una cantidad de filtrado de 16% en peso.

Ejemplo 3.- Se procedió como en los ejemplos 1 y 2. Sin embargo, la corriente de aire fue hecha pasar fue de 130 m³ en condiciones normales por m² de superficie de filtración y por hora. La temperatura del aire fue de 14°C. El grado de pureza final de los cristales de para-xileno después de la fusión era de 99,98% de para-xileno. Ya después de 5 minutos de duración del ensayo, el grado de pureza de los cristales era de 99,5% de para-xileno con una cantidad de filtrado de 16% en peso.



5 La presente solicitud que corresponde a la presentada en República Federal Alemana con fecha 29 de Diciembre de 1967, bajo el N^o P 16 43 724.4 antes B. 96053 IVb/12o, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

10 N O T A

15 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:

20 1.- Procedimiento para obtener para-xileno puro por cristalización de para-xileno a partir de mezclas de compuestos aromáticos C_8 por encima del punto eutéctico y por subsiguiente filtración, caracterizado porque a través de la torta de filtración se impulsa un medio inerte, cuya temperatura es al menos tan alta como la del producto cristalizado de partida.

25 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el medio inerte es gaseoso y se le hace pasar en una cantidad de más de $10 m^3$ en condiciones normales por m^2 de superficie de filtración y por hora a través de la torta de filtración.

30 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, caracterizado porque el medio inerte es un líquido y es hecho pasar a través de la torta de filtración en una can-

28 DIC



tividad de más de 1 m^3 por m^2 de superficie de filtración y por hora.

4.- Procedimiento según una cualquiera de las precedentes reivindicaciones, caracterizado porque la densidad aparente de la torta de filtración durante la impulsión a su través del medio inerte es llevada, por ejemplo por compresión, a valores que son mayores de $0,5 \text{ g/cm}^3$ referido a los cristales de para-xileno puros.

5.- Procedimiento para obtener para-xileno puro.

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

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

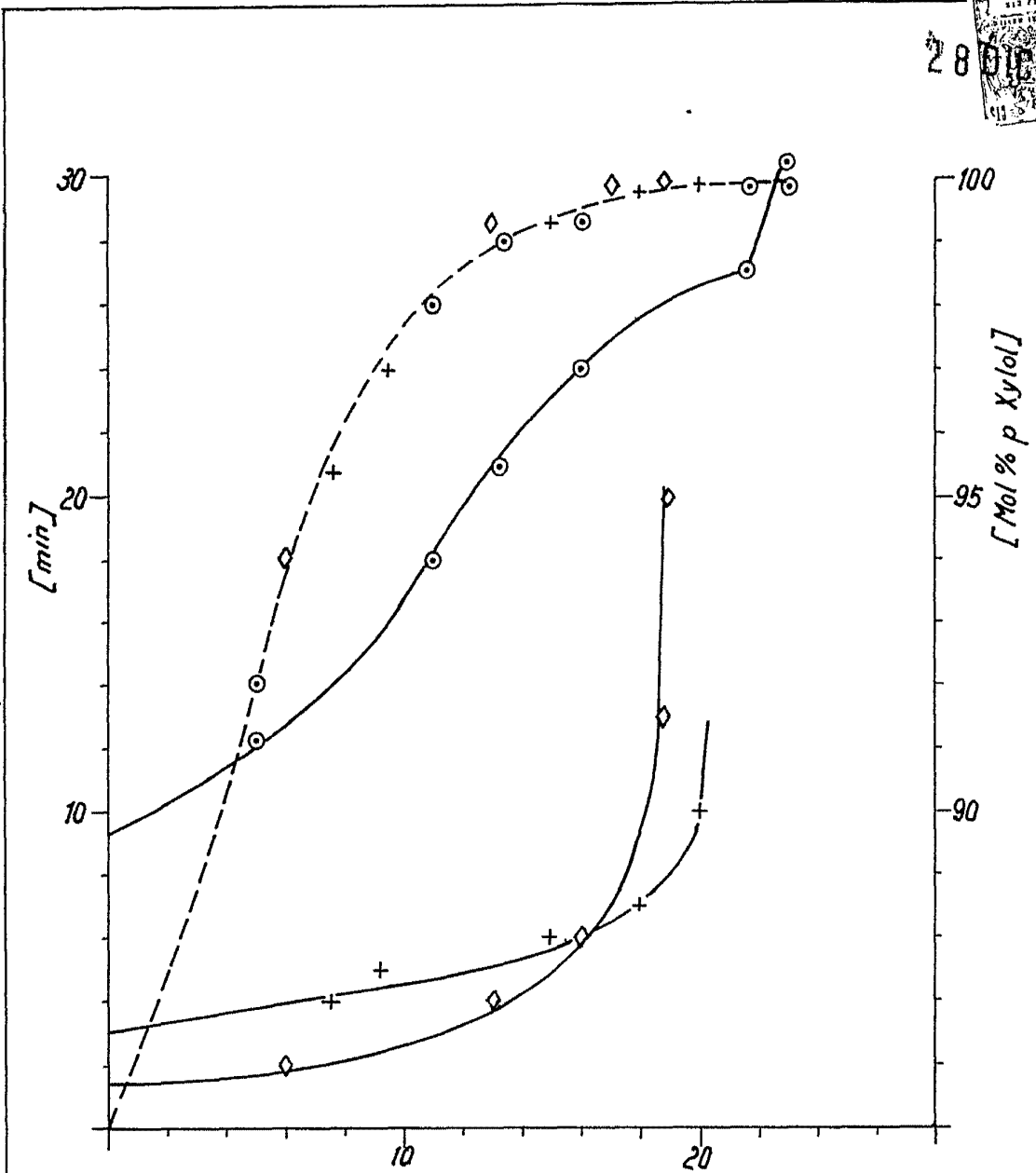
Madrid,

28 DIC. 1968

P.A.

Director de Estudios

194.113



-
- +
- ◇
-
-

M. W. B.